



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

**LOMOVÉ CHOVÁNÍ KOVOVÝCH SLITIN S NÍZKOU
ÚROVNÍ HOUŽEVNATOSTI**

THE FRACTURE BEHAVIOUR OF METALLIC ALLOYS WITH LOW TOUGHNESS LEVEL

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. David Novotný

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Luděk Stratil, Ph.D.

BRNO 2021

Zadání diplomové práce

Ústav: Ústav materiálových věd a inženýrství
Student: **Bc. David Novotný**
Studijní program: Aplikované vědy v inženýrství
Studijní obor: Materiálové inženýrství
Vedoucí práce: **Ing. Luděk Stratil, Ph.D.**
Akademický rok: 2020/21

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma diplomové práce:

Lomové chování kovových slitin s nízkou úrovní houževnatosti

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Některé typy nově vyvíjených kovových slitin vyráběných technologií práškové metalurgie, např. vysoce-entropické slitiny a ODS oceli, dosahují pouze nízké úrovně lomové houževnatosti. Je to dáno jednak technologií jejich přípravy a také velmi malou velikostí zrna. Zvyšování lomové houževnatosti se proto řadí mezi hlavní směry současného vývoje těchto slitin. K určení lomové houževnatosti materiálu je třeba zkušební těleso s definovanou trhlinou. Společným rysem vyvíjených slitin je také často to, že jsou obvykle dostupné pouze v omezeném množství, což vyvolává požadavek na miniaturizaci zkušebních těles. Tato tělesa mají velmi malé rozměry průřezu v jednotkách milimetrů čtverečních a vyžadují použití malých zátěžných sil při přípravě únavové trhliny.

Cíle diplomové práce:

Hlavním cílem práce je popis lomového chování vysoce-entropické slitiny typu CoCrFeMnNi a disperzně zpevněné slitiny Fe–Al–Al₂O₃ připravených práškovou metalurgií.

Dílní cíle jsou:

Zpracování literární rešerše na dané téma.

Příprava miniaturních těles s trhlinou pro měření lomové houževnatosti.

Mechanické zkoušení (tah, lomová houževnatost, Charpy).

Metalografická analýza mikrostruktury a fraktografická analýza lomových ploch.

Diskuze výsledků mechanického zkoušení, mikrostrukturní a fraktografické analýzy.

Formulace závěrů.

Seznam doporučené literatury:

ANDERSON, T. L. Fracture mechanics: fundamentals and applications. 3rd ed. Boca Raton: Taylor & Francis, 2005. ISBN 0-8493-1656-1.

GLUDOVATZ, B., E. P. GEORGE and R. O. RITCHIE. Processing, Microstructure and Mechanical Properties of the CrMnFeCoNi High-Entropy Alloy. JOM [online]. 2015, 67(10), 2262-2270 [cit. 2019-11-07]. DOI: 10.1007/s11837-015-1589-z. ISSN 1047-4838. Dostupné z: <http://link.springer.com/10.1007/s11837-015-1589-z>

SVOBODA, J., V. HORNÍK, L. STRATIL, H. HADRABA, B. MAŠEK, O. KHALAJ and H. JIRKOVÁ. Microstructure Evolution in ODS Alloys with a High-Volume Fraction of Nano Oxides. Metals [online]. 2018, 8 (12) [cit. 2019-11-07]. DOI: 10.3390/met8121079. ISSN 2075-4701. Dostupné z: <http://www.mdpi.com/2075-4701/8/12/1079>

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2020/21

V Brně, dne

L. S.

prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.
ředitel ústavu

doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.
děkan fakulty

ABSTRAKT

Diplomová práce je zaměřena na určování mechanických vlastností slitin vyrobených metodami práškové metalurgie. V rámci práce byly zkoumány dvě slitiny a to vysoce-entropická slitina CrMnFeCoNi a oxidy disperzně zpevněná slitina FeAlO. Obě slitiny byly vyrobeny v laboratorním množství zkušebního materiálu a pro měření jejich mechanických vlastností byla použita miniaturní zkušební tělesa. Hlavním cílem práce byl vývoj metodiky přípravy trhliny, zkoušení a hodnocení charakteristik miniaturních zkušebních těles pro materiály s nízkou úrovní houževnatosti. V rámci experimentální části práce byly měřeny tahové a deformační vlastnosti a lomová houževnatost obou slitin. U vysoce-entropické slitiny CrMnFeCoNi se práce zaměřila na vliv rychlosti deformace na mechanické a lomové vlastnosti slitiny za pokojové teploty. U oxidy disperzně zpevněné slitiny FeAlO byly zkoumány mechanické a lomové vlastnosti v rozmezí teplot 23-600 °C.

KLÍČOVÁ SLOVA

CrMnFeCoNi, FeAlO, zpevnění oxidickou disperzí, lomová houževnatost, miniaturní tělesa

ABSTRACT

The diploma thesis is focused on determining mechanical properties of alloys produced by powder metallurgy methods. Two alloys were studied, namely a highly entropic CrMnFeCoNi alloy and an oxide dispersion-strengthened FeAlO alloy. Both alloys were made in laboratory amount of test material and miniature test specimens were used to measure their mechanical properties. The main goal of the diploma thesis was to develop a crack preparation methodology, to examine and to evaluate the properties of miniature test specimens for materials with low levels of resilience. In the analytical part of the thesis, tensile and deformation properties and fracture toughness of both alloys were measured. For the highly-entropic CrMnFeCoNi alloy, the thesis focused on the effect of the strain rate on the properties of the alloy. For the oxide dispersion-strengthened FeAlO, the effect of temperature in the 23-600 °C temperature range on its mechanical properties was studied.

KEYWORDS

CrMnFeCoNi, FeAlO, oxide dispersion strengthened, fracture toughness, miniature test specimens

BIBLIOGRAFICKÁ CITACE

NOVOTNÝ, David. *Lomové chování kovových slitin s nízkou úrovní houževnatosti*. Brno, 2021. Dostupné také z: <https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/129614>. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav materiálových věd a inženýrství. Vedoucí práce Luděk Stratil.

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že svou diplomovou práci na téma Lomové chování kovových slitin s nízkou úrovní houževnatosti jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

Jako autor uvedené diplomové práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této diplomové práce jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a/nebo majetkových a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících zákona č. 121/2000 Sb., o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon), ve znění pozdějších předpisů, včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č. 40/2009 Sb.

V Brně dne

.....

(podpis autora)

PODĚKOVÁNÍ

Chtěl bych tímto poděkovat vedoucímu diplomové práce Ing. Lud'ku Stratilovi, Ph.D. za odborné vedení, ochotu a připomínky k diplomové práci. Dále bych chtěl poděkovat všem zaměstnancům Ústavu fyziky materiálů, kteří mi pomohli s experimentální částí této práce. V neposlední řadě také děkuji svým rodičům a celé rodině za podporu během studia.

Tato práce byla vypracována za podpory GAČR v rámci projektu č. 17-01641S, s jehož přispěním byly podpořeny výzkumné práce na slitině typu FeAlO.

OBSAH

ÚVOD	6
CÍLE PRÁCE	7
1 VYSOCE-ENTROPICKÉ SLITINY	8
1.1 Čtyři základní principy vysoce-entropických slitin	9
1.1.1 Vysoká entropie	9
1.1.2 Deformace krystalové mřížky	10
1.1.3 Zpomalená difuze	10
1.1.4 Koktejl efekt	10
1.2 Technologie přípravy HEAs	11
1.3 Mechanické vlastnosti HEAs	12
1.3.1 Vlastnosti HEAs pro vysokoteplotní aplikace	12
1.3.2 Mechanické vlastnosti HEAs pro nízkoteplotní aplikace	13
2 SLITINA FEALO	15
2.1 Vznik oxidů v mikrostruktuře	16
2.2 Mikrostruktura a její vliv na vlastnosti FeAlO	16
2.3 Mechanismy zpevnění kovových materiálů	18
2.3.1 Zpevnění substitučními a intersticiálními atomy	18
2.3.2 Deformační zpevnění	18
2.3.3 Zpevnění hranicemi zrn	18
2.3.4 Zpevnění precipitáty	19
3 PRÁŠKOVÁ METALURGIE	21
3.1 Mechanické legování	21
3.1.1 Mechanismus mechanického legování	21
3.2 Metody zhutňování práškových materiálů	23
3.2.1 Spark plasma sintering (SPS)	23
3.2.2 Válcování	24
4 LOMOVÁ MECHANIKA	25
4.1 LELM	25
4.1.1 Hnací síla trhliny	25
4.1.2 Faktor intenzity napětí	26
4.1.3 Podmínky rovinné napjatosti a deformace	28

4.2	EPLM	28
4.2.1	Otevření kořene trhliny (CTOD)	28
4.2.2	J-integrál	29
4.3	Platnost lomových charakteristik	30
4.4	Metodika měření a vyhodnocování dat	30
4.4.1	Faktor intenzity napětí	31
4.4.2	J-integrál	32
4.4.3	R – křivka	32
4.5	Vliv velikosti zkušebních těles na lomovou houževnatost	34
5	EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	37
5.1	Experimentální materiál	37
5.2	Metodiky experimentu	38
5.2.1	Řezný plán	38
5.2.2	Cyklování těles pro zkoušku lomové houževnatosti	39
5.2.3	Tahové zkoušky	40
5.2.4	Zkoušky rázem v ohybu	40
5.2.5	Zkoušky lomové houževnatosti	41
5.2.6	Příprava a pozorování mikrostruktury	41
5.3	Výsledky experimentů	42
5.3.1	Slitina FeAlO	42
5.3.2	Slitina CrMnFeCoNi	50
6	DISKUZE	54
7	ZÁVĚR	57
	LITERATURA	58
	SEZNAM OBRÁZKŮ	65
	SEZNAM TABULEK	67
	SEZNAM SYMBOLŮ, VELIČIN A ZKRATEK	67

ÚVOD

Vývoj materiálů je úzce spjat s potřebou hodnocení mikrostrukturních a mechanických vlastností, kdy je vyvíjený materiál obvykle dostupný pouze v omezeném laboratorním množství. Ve srovnání s mikrostrukturními vlastnostmi je stanovení mechanických vlastností řádově náročnější na množství (objem) zkušebního materiálu. Požadavky experimentálního programu jsou tedy z pohledu objemu vyvíjeného materiálu nevyhnutelně vyvažovány v závislosti na velikosti a počtu zkušebních těles pro charakterizaci mechanických vlastností. Hodnocení mechanických a lomových vlastností z malého objemu zkušebního materiálu je tedy důležitým tématem souvisejícím s vývojem materiálu, s potřebou jeho lokální charakterizace nebo stále častěji s potřebou hodnocení tenkostěnných konstrukcí.

Základní mechanické charakteristiky jako tvrdost, pevnostní a deformační vlastnosti mohou být relativně snadno určeny z malého množství materiálu jako např. pomocí zkoušek tvrdosti nebo mikrotvrdosti, miniaturních tahových, tlakových nebo ohybových těles, pomocí zkoušky typu Small Punch Test atd. Ve srovnání s těmito základními mechanickými charakteristikami vyžaduje určování houževnatosti použití tělesa s vrubem, tedy s koncentrátorem napětí. Také lomová houževnatost jako pokročilá materiálová charakteristika zavedená lomovou mechanikou, která charakterizuje odolnost materiálu proti šíření trhliny, vyžaduje použití koncentrátoru napětí, respektive trhliny. Přítomnost koncentrátoru napětí v tělese zvyšuje napětově-deformační stav před čelem trhliny nebo vrubu. K zajištění dostatečné úrovně napětově-deformačního stavu před čelem trhliny je třeba dodržet přísné požadavky na geometrii a velikost zkušebního tělesa. V těchto případech jsou nároky na potřebnou velikost těles protichůdné požadavkům plynoucím z charakterizace malého objemu materiálu. Dvě hlavní cesty přímého hodnocení lomových vlastností z malého objemu materiálu jsou rekonstrukce a zmenšení (miniaturizace) zkušebních těles. Limity platnosti určovaných charakteristik lomově-mechanických těles závisí na mechanických vlastnostech materiálu a na rozměrech tělesa a jsou v případě miniaturních těles často velmi omezené. Výsledky miniaturních těles proto vyžadují správnou interpretaci nebo případně jejich korekci vzhledem k výsledkům těles standardní velikosti.

Některé typy nově vyvíjených kovových slitin na ÚFM, AV ČR, v. v. i. vyráběných technologií práškové metalurgie, např. vysoce-entropická slitina CrMnFeCoNi a slitina FeAlO, dosahují pouze nízké úrovně lomové houževnatosti. Je to dáno jednak technologií jejich přípravy a také velmi malou velikostí zrna. Charakterizace a zvyšování lomové houževnatosti je důležitým krokem vývoje těchto slitin. Zkušební těleso k určení lomové houževnatosti materiálu je třeba opatřit trhlinou s definovanými parametry. S ohledem na omezené množství zkušebního materiálu je lomová houževnatost určována pomocí miniaturních těles pro tříbodový ohyb, která mají velmi malý rozměr průřezu v jednotkách milimetrů čtverečních. Současně používaný způsob přípravy trhliny v těchto miniaturních tělesech je časově náročný, protože vyžaduje použití nízkého silového rozsahu při cyklickém zatížení a kvůli nízké úrovni houževnatosti také nízké rychlosti zatěžování. Z těchto důvodů jsou hledány nové postupy přípravy trhliny v miniaturních tělesech a současně je motivován rozvoj metodiky charakterizace lomových vlastností z malého objemu zkušebního materiálu.

CÍLE PRÁCE

Cílem diplomové práce je v teoretické části zpracování rešerše týkající se určování lomové houževnatosti kovových materiálů, technologie výroby slitin práškovou metalurgií a dále uvedení studovaných slitin (vyvíjené disperzně zpevněné slitiny FeAlO a vysoce-entropické slitiny typu CrMnFeCoNi) do obecných souvislostí a shrnutí současný stav poznání o těchto materiálech.

Cílem experimentální části je hodnocení mechanických vlastností a lomového chování studovaných slitin. Vlastnosti obou slitin budou určovány v dostupném laboratorním množství materiálu experimentálně připraveného na Ústavu fyziky materiálů AV ČR, v. v. i. a experimenty budou provedeny na miniaturních zkušebních tělesech. Hlavním cílem experimentální části práce je rozvinout metodiku přípravy a testování miniaturních těles kovových materiálů s nízkou úrovní houževnatostí. Lomové chování slitin poté bude dáno do souvislosti s jejich mikrostrukturou. Experimentální část práce je rozpracována do těchto dílčích cílů:

- Zdokonalení metodiky přípravy miniaturních těles pro kovové slitiny s nízkou úrovní lomové houževnatosti,
- Hodnocení vlivu teploty na tahové a lomové vlastnosti slitiny FeAlO v rozmezí teplot (23-600 °C),
- Hodnocení vlivu rychlosti deformace na tahové a lomové vlastnosti slitiny CrMnFeCoNi za pokojové teploty,
- Provedení metalografické analýzy a fraktografické analýzy lomových ploch zkušebních těles k určení vlivu mikrostruktury na mechanické vlastnosti slitin.

1 Vysoce-entropické slitiny

Kovové slitiny jsou tradičně složeny z jednoho majoritního prvku, který je nositelem primárních vlastností (např. železo v ocelích). Přidáním menších obsahů legur pak dochází ke zlepšení vlastností slitin (např. zvýšení pevnosti ocelí přidáním uhlíku), nebo získávání nových vlastností (např. korozivzdornost oceli přidáním chromu). Při výrobě těchto konvenčních slitin se vychází ze znalostí okrajových oblastí fázových diagramů. Vysoce-entropické slitiny svým složením vybočují z této konvence. Jedná se o mnohoprvkové systémy s téměř ekvatomovým složením, které posunují výzkum k vnitřním oblastem fázových diagramů [1–3].

Jedni z prvních autorů, kteří experimentovali s mnohoprvkovými systémy, byly kolektiv autorů Cantor a spol. Bylo studováno indukční přetavení přechodových kovů za vzniku stabilní slitiny z Cr, Mn, Fe, Co a Ni. Slitina byla tvořena tuhým roztokem s FCC mřížkou, přestože Cr, Co a Fe krystalizují v jiných mřížkách. Vzniklá slitina $\text{Cr}_{20}\text{Mn}_{20}\text{Fe}_{20}\text{Co}_{20}\text{Ni}_{20}$ se označuje jako Cantorova slitina a jedná se o historicky první HEA slitinu [1].

HEAs je široká a poměrně nová skupina materiálů, přičemž její definice stále není v literatuře plně dořešena. HEAs byly prvně definovány jako slitiny skládající se z pěti a více prvků s obsahy v rozmezí 5 a 35 at. %. HEAs však mohou obsahovat i příměsi s nižší koncentrací, které zlepšují jejich vlastnosti. Stabilita HEAs pramení z vysoké konfigurační entropie tuhého roztoku tvořeného velkým počtem prvků. Ta překonává směšovací entalpii intermetalických sloučenin. Z tohoto principu také vyplývá entropická definice HEAs. Ta vychází z podmínky, že slitinu lze považovat za vysoce-entropickou, pokud je její konfigurační entropie vyšší než $1,5R$. Některé další definice předpokládají pouze jednofázové složení HEAs. Ty se ovšem vymykají původnímu záměru výzkumu HEAs a nejsou tedy obecně přijímány [4, 5].

Specifickým složením nejméně z pěti majoritních prvků vybočují HEAs z konvence běžných slitin. Díky tomu u nich existují jedinečné mechanismy a principy, které jim dodávají unikátní vlastnosti. Obecně jsou tyto faktory v literatuře označovány jako čtyři základní principy vysoce-entropických slitin (Four core elements) [4]. Jedná se o vysokou entropii, která určuje rovnováhu tuhého roztoku většího počtu prvků. Zpomalená difuze ovlivňuje rychlost růstu nových fází. Deformace krystalové mřížky, která omezuje pohyb dislokací a dochází tak ke zpevnění tuhého roztoku. Koktejl efekt, který zahrnuje vliv jednotlivých vlastností vstupních prvků a jejich vzájemné interakce na finální vlastnosti slitiny. Jednotlivé základní principy vysoce-entropických slitin budou blíže popsány v další kapitole [4, 5].

1.1 Čtyři základní principy vysoce-entropických slitin

1.1.1 Vysoká entropie

HEAs jsou tvořeny z pěti a více majoritních prvků. Díky tomu mají velmi vysokou konfigurační entropii. To potvrzuje rovnice 1.1, kde je zřejmé, že čím více prvků tvoří tuhý roztok, tím větší je konfigurační entropie celého systému [4, 6].

$$S_{conf} = -R \cdot \sum_{i=1}^n X_i \ln x_i \quad (1.1)$$

Kde $S_{conf} [J \cdot K^{-1}]$ je konfigurační entropie systému, R je molární plynová konstanta $[8,314 \frac{J}{K} \cdot mol]$, X_i je molární zlomek a n je počet prvků v systému.

Termodynamická stabilita dané fáze je odvozena od hodnoty Gibbsovy slučovací energie. Fáze s minimální Gibbsovou slučovací energií bude za daných podmínek termodynamicky stabilní. Gibbsova slučovací energie fáze se určuje podle rovnice 1.2 [6].

$$\Delta G_{mix} = \Delta H_{mix} - T \Delta S_{mix} \quad (1.2)$$

Kde $\Delta G_{mix} [J]$ je Gibbsova slučovací energie dané fáze, $\Delta H_{mix} [J]$ je směšovací entalpie fáze, $T [K]$ je teplota a $\Delta S_{mix} [J \cdot K^{-1}]$ je entropie systému.

Z rovnice 1.2 lze vidět, že pokud bude entropický člen dostatečně velký, převýší vliv entalpického členu a vzniklá fáze bude stabilní. Právě to se děje u HEAs. Vysoká konfigurační entropie tuhého roztoku tvořeného pěti prvky zde překoná vliv nízké entalpie intermetalických fází a termodynamicky stabilizuje jednofázovou strukturu tvořenou tuhým roztokem. Tento efekt je ještě významnější při vysokých teplotách, jelikož je entropie násobená teplotou [4, 7].

Za pomoci termodynamických výpočtů a experimentů byla pro HEAs určena pravidla pro predikci vzniku tuhého roztoku zahrnující vliv konfigurační entropie, směšovací entalpie a parametru rozdílu velikosti atomů δ [7].

$$-20 \leq \Delta H_{mix} \leq 5 \frac{kJ}{mol} \quad (1.3)$$

$$12 \leq \Delta S_{mix} \leq 17,5 \frac{J}{K \cdot mol} \quad (1.4)$$

$$\delta \leq 6,4 \% \quad (1.5)$$

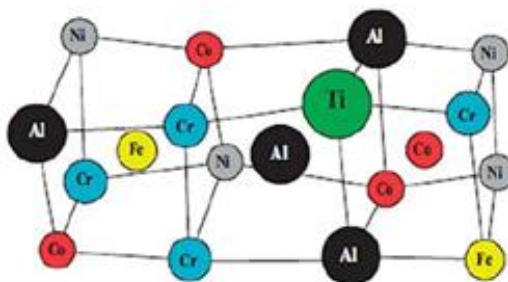
Parametr δ je popsán rovnicí 1.6:

$$\delta = 100 \sqrt{\sum_{i=1}^n c_i \left(1 - \frac{r_i}{\bar{r}}\right)^2} \quad (1.6)$$

,kde c_i je koncentrace daného prvku, r_i je poloměr daného prvku a \bar{r} je aritmetický průměr poloměru všech prvků [4, 7].

1.1.2 Deformace krystalové mřížky

Vlivem různé velikosti atomů, které tvoří krystalovou mřížku tuhého roztoku u HEAs, dochází k výrazné deformaci krystalové mřížky. Velikost deformace závisí na parametru rozdílu velikosti atomů δ (viz rovnice 1.6). Dodatečná energie potřebná k deformaci mřížky je přičtena ke Gibbsově volné energii a snižuje tak termodynamickou stabilitu tuhého roztoku. Deformace krystalové mřížky také omezuje pohyb dislokací ve skluzových rovinách. To způsobuje zpevnění materiálu a zvýšení jeho tvrdosti. Dále deformace krystalové mřížky ovlivňuje tepelnou a elektrickou vodivost. Pro HEAs je díky výrazné deformaci krystalové mřížky typická nízká intenzita „píků“ při rentgenové difrakci, která je způsobena rozptylem fotonů rentgenového záření při průchodu deformovanou krystalovou mřížkou [4, 8].



Obr 1: Deformace krystalové mřížky vlivem různé velikosti atomů [8].

1.1.3 Zpomalená difuze

Difuzní tok v HEAs je oproti konvenčním slitinám značně zpomalený. Hlavní důvod tohoto jevu je nehomogenní rozložení atomů v krystalové mřížce, čímž vzniká velký počet lokálních atomových konfigurací s různým prostorovým rozložením atomů a vzájemnou silou vazeb. Tím v mřížce vzniká nehomogenní napětové a energetické pole, kde se vyskytují nízkoenergetické polohy. Ty slouží jako energetické pasti pro difundující prvky. Při difuzi je pro prvek energeticky výhodné do těchto nízkoenergetických poloh přeskóčit a zároveň prvek potřebuje vyšší aktivační energii, aby z této polohy přeskočil do další polohy v mřížce. Oba tyto mechanismy způsobují zvýšení potřebné aktivační energie a zpomalení difuzního toku krystalovou mřížkou. Díky tomu se tenké vrstvy HEAs používají jako difuzní bariéry [7, 9].

Nízká rychlost difuze v HEAs ovlivňuje kinetiku fázových transformací, která závisí na rychlosti transportu prvků do nově vznikající fáze. Další mechanismus, který fázovou transformaci dále zpomaluje, je různá difuzivita prvků. Jelikož při fázové transformaci dochází k paralelnímu transportu velkého počtu různých prvků, může docházet ke zpomalení šíření všech prvků kvůli prvkům s nižší difuzivitou. Pomalá fázová transformace, především tedy růst nové fáze, HEAs usnadňuje tvorbu přesyceného roztoku a vznik nanoprecipitátů [7, 10].

1.1.4 Koktejl efekt

Koktejl efekt vyjadřuje souvislost mezi složením a vlastnostmi slitiny. Vlastnosti jednotlivých prvků totiž ovlivňují výsledné vlastnosti celé slitiny. Například přidáním lehkých kovů lze snížit její výslednou hustotu nebo přidáním kovů s vysokou teplotou

tání se zvyšuje i výsledná teplota tání slitiny. Zároveň jsou důležité i interakce mezi jednotlivými prvky, které můžou vytvořit synergie převyšující vlastnosti původních prvků. Příkladem toho je AlxCoCrFeNi , kde se zvyšujícím se obsahem hliníku roste i celková tvrdost slitiny, ačkoliv je hliník poměrně měkký, tvárný kov s nízkou teplotou tání [8]. To je z části způsobeno silnou vazbou, kterou hliník vytváří s ostatními prvky systému a z části změnou mřížky tuhého roztoku z FCC na BCC, která je způsobena vyšším obsahem hliníku ve struktuře [4].

1.2 Technologie přípravy HEAs

Technologie používané k přípravě HEAs lze rozdělit do tří kategorií: příprava z taveniny, příprava z plynné fáze a příprava z tuhé fáze. U většiny se jako vstupní materiály používají čisté kovy (o čistotě 99 % a více) ve formě ingotů nebo prášků [11].

Nejvíce rozšířenou technologií výroby HEAs je příprava z taveniny. Umožňuje totiž dosáhnout vysoké čistoty vyrobených slitin. Nejvíce používané technologie na přípravu HEAs z taveniny je vakuové tavení elektrickým obloukem a indukční tavení. Obloukové tavení se díky své vysoké teplotě procesu (až 3000 °C) používá k výrobě HEAs složených z kovů s vysokou teplotou tání (např. refractory alloys). Touto technologií se ale nedají připravovat HEAs obsahující prvky s nízkým bodem tání (Mg, Zn, Mn). Při působení elektrického oblouku by totiž mohlo dojít k jejich vypařování. Pro tyto skupiny HEAs se tedy častěji používá indukční tavení. Po odlití taveniny a během jejího chladnutí může snadno dojít k segregaci prvků a vzniku nehomogenního chemického složení výsledné slitiny. To u HEAs bývá často nežádoucí, především v případě výroby tuhého roztoku obsahující všechny prvky. Segregaci prvků lze potlačit vyššími rychlostmi ochlazování taveniny [4], nebo následným tepelným zpracováním – homogenizačním žháním, které ovšem kvůli pomalé difuzi v HEAs vyžaduje vysoké žhací teploty (nad 1000 °C) a dlouhé časy výdrže [12, 13].

Technologie přípravy HEAs z plynné fáze se nejčastěji používají na výrobu tenkých povrchových vrstev na substrát za účelem zvýšení korozní a oxidační odolnosti nebo odolnosti proti opotřebení. Nejčastěji se k tomuto účelu u HEAs používá magnetronové naprašování, které dokáže naprašovat velké množství různých materiálů pomocí specifického magnetického pole. Při této metodě dochází k bombardování vstupního materiálu (ve formě terče) ionty inertního plynu (Argon), které vznikají doutnavým výbojem mezi terčem a substrátem. Atomy a klastry, které v důsledku toho bombardování odlétávají, se ukládají na povrchu substrátu, kde tvoří tenkou vrstvu. Touto metodou byly úspěšně deponovány homogenní vrstvy jednofázové struktury slitiny FeCrCoNiMn [11]. Z výsledků práce bylo zjištěna velká citlivost drsnosti povrchu na síle naprašování. Často bývá žádoucí vytvářet povrchové vrstvy stabilní za vysokých teplot. K tomu se využívají povrchové vrstvy z vysokoteplotních HEAs – tzv. refractory alloys. Kim a spol. [14] úspěšně naprášili vrstvu slitiny NbMoTaW , která vytvořila homogenní vrstvu jednofázového BCC tuhého roztoku [11, 12].

Příprava HEAs z tuhé fáze je prováděna za pomoci mechanického legování vstupních prášků čistých kovů za pokojové teploty následované zhuťnutím slitiny za zvýšené teploty. Promíchání atomů v tuhém stavu vyžaduje dlouhé časy mletí během mechanického legování, což značně zvyšuje množství nečistot, které se do slitiny během procesu dostanou. Největší zdroje znečištění v průběhu mechanického legování jsou

atmosféra a mlecí elementy [15]. Vysoký obsah nečistot a vměstků pak snižuje některé mechanické vlastnosti vyrobených slitin, především jejich tažnost a houževnatost. Jelikož slitiny zkoumané v této práci byly vyrobeny metodou přípravy z tuhé fáze podrobněji se tomuto tématu věnuje kapitola 3 [12].

1.3 Mechanické vlastnosti HEAs

HEAs jsou velmi široká skupina materiálů s obdobně širokým rozsahem mechanických vlastností. Výsledné mechanické vlastnosti HEAs závisí hlavně na jejich mikrostruktuře a odrážejí se od „fore core elements“, které byly představeny v předchozích podkapitolách. U HEAs je díky jejich mnohaprvkovému složení důležité substituční zpevnění tuhého roztoku [4]. Dále mohou být zpevněny i precipitačně (např. intermetalickými nanoprecipitáty nebo karbidy) [3]. U jednofázových HEAs se mechanické vlastnosti nejvíce odvíjejí od typu krystalové mřížky. HEAs s FCC mřížkou mají obecně nižší pevnost a vyšší tvárnost a houževnatost. Zatímco HEAs s BCC mřížkou vykazují vyšší pevnost na úkor jejich tvárnosti [8].

Nejkritičtější faktor, který rozhoduje o typu krystalové mřížky, je VEC (valance electron concentration) daného chemického složení. VEC je počítán z hmotnostní koncentrace jednotlivých prvků (viz rovnice 1.7) a používá se k empirickému odhadu výsledné krystalové struktury HEAs [16].

$$VEC = \sum_{i=1}^n x_i \cdot VEC_i \quad (1.7)$$

kde x_i [hm. %] je hmotnostní koncentrace prvku i a VEC_i je koncentrace valenčních elektronů prvku i .

Empiricky bylo zjištěno, že pokud je $VEC \geq 8$, lze očekávat tuhý roztok s FCC mřížkou a pokud je $VEC < 6,87$, lze očekávat tuhý roztok s BCC mřížkou. Pokud se VEC nachází mezi těmito hodnotami, struktura může obsahovat oba typy mřížek. Toto empirické pravidlo má spoustu výjimek a není ve své podstatě plně směrodatné [16].

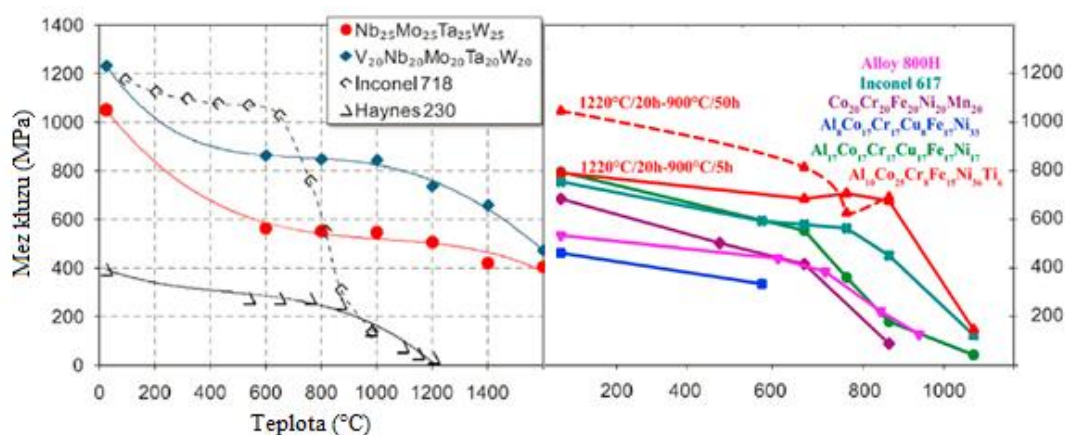
Pro HEAs se předpokládají dvě hlavní aplikační oblasti. Některé HEAs vykazují dobré vlastnosti a termodynamickou stabilitu za vysokých teplot a mohly by ve specifických aplikacích doplnit nebo i nahradit běžně používané materiály. U druhé významné skupiny HEAs se za nízkých teplot objevuje změna deformačního mechanismu. Díky tomu si zachovávají dobrou pevnost a tvárnost i při kryogenických teplotách. Obě skupiny budou více popsány v další části [4].

1.3.1 Vlastnosti HEAs pro vysokoteplotní aplikace

Obecně mají HEAs potenciál k vysokoteplotním aplikacím díky své termodynamické stabilitě, pomalé difuzi, vysoké pevnosti a vysokému obsahu korozivzdorných prvků (Cr, Ni, Al atd.). Tyto vlastnosti lze ještě vylepšit úpravou mikrostruktury a chemického složení slitin [17].

První přístup je např. aplikován u tzv. HEAs superslitin, které jsou precipitačně zpevněny intermetalickými fázemi γ a γ' . Obě intermetalické fáze jsou tvořeny z niklu a hliníku, kde nekoherentní γ je neuspořádaná FCC fáze a koherentní γ' je uspořádaná $L1_2$ fáze. Obě vznikají i v niklových superslitinách. Zejména uspořádaná fáze γ' zvyšuje pevnost slitiny za vysokých teplot snižováním hustoty pohyblivých dislokací při plastické deformaci. Zástupcem této skupiny je například slitina $\text{Al}_{10}\text{Co}_{25}\text{Cr}_8\text{Fe}_{15}\text{Ni}_{36}\text{Ti}_6$. Z Obr. 4 lze vidět, že tato slitina má při vysokých teplotách vyšší mez kluzu než konvenčně používaná slitina Inconel 617 [17].

Druhou skupinou jsou tzv. refractory alloys, tvořené z žárupevných kovů jako Nb, Mo, Ta, W, Zr. Jako příklad této skupiny HEAs lze uvést $\text{Nb}_{25}\text{Mo}_{25}\text{Ta}_{25}\text{W}_{25}$ a $\text{V}_{20}\text{Nb}_{20}\text{Mo}_{20}\text{Ta}_{20}\text{W}_{20}$ [17]. Obě slitiny si své vlastnosti zachovávají a mají vyšší mez kluzu při teplotách nad 800 °C než konvenční slitiny Inconel 718 a Haynes 230, i když mají nižší mez kluzu při pokojové teplotě viz Obr. 2 [17].



Obr. 2: Srovnání konvenčních vysokoteplotních slitin a HEAs: [17]

- a) z žárupevných slitin
- b) legované titanem

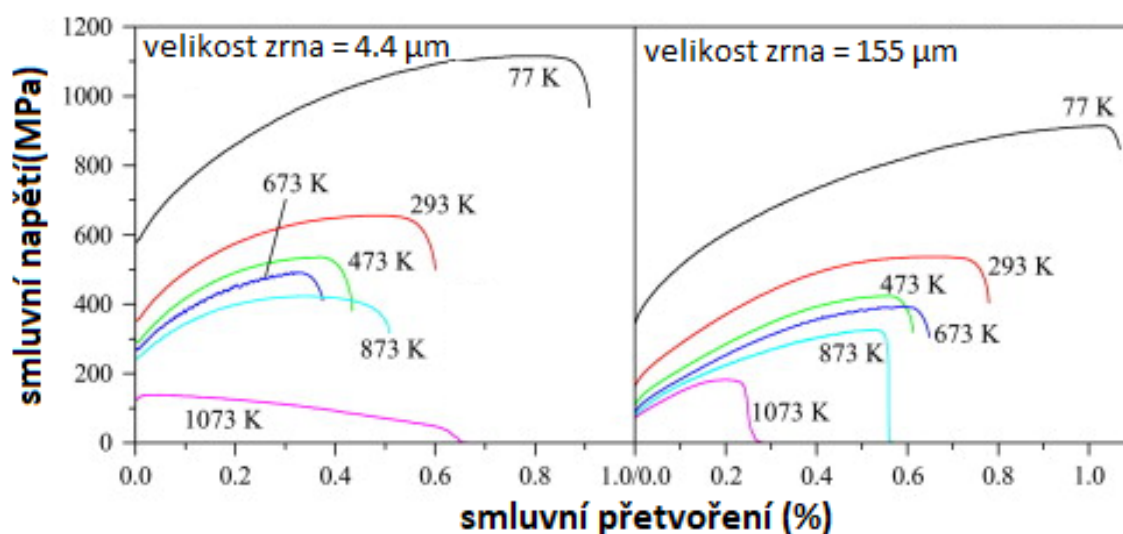
1.3.2 Mechanické vlastnosti HEAs pro nízkoteplotní aplikace

Pro nízkoteplotní aplikace se HEAs převážně využívají s FCC krystalovou mřížkou, protože nevykazují tranzitní lomové chování jako slitiny s BCC krystalovou mřížkou a mají vyšší tvárnost a houževnatost. Do této skupiny patří i původní Cantorova slitina s ekvatomárním složením pěti prvků Fe, Co, Cr, Ni, Mn. Tato slitina vyrobená pomocí práškové metalurgie je předmětem experimentální části práce a proto je v následujícím textu blíže popsána [18].

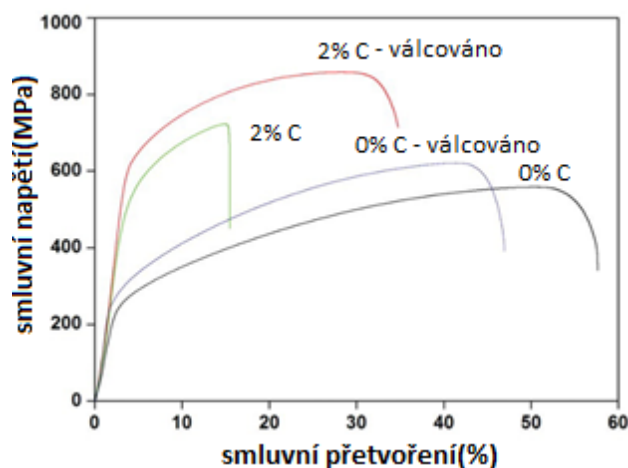
Mikrostruktura Cantorovy slitiny je převážně tvořena FCC mřížkou s rovnoměrným rozložením všech pěti prvků (viz Obr. 5). Největší vliv na její mechanické vlastnosti tedy má velikost zrna, legující prvky, popř. nečistoty. Slitina s velkými zrny vyniká svou tvárností, houževnatostí a velkým deformačním zpevněním, ale má velmi nízkou mez kluzu a tvrdost [18]. Kvůli tomu se upřednostňují jemnozrnné slitiny, kde dochází ke zvýšení meze kluzu hranicemi zrn podle Hall-Petchova vztahu. Jemnozrnné mikrostruktury lze dosáhnout termo-mechanickým zpracováním nebo procesy práškové metalurgie. Oboje je často následované rekrytalizačním žháním. Na Obr. 3 je vidět, že snížením velikosti zrna ze 155 μm na 4.4 μm dochází za pokojové

teploty k 25% růstu meze pevnosti při 25% poklesu deformace. Dalším způsobem zvýšení pevnosti Cantorovy slitiny je precipitační zpevnění. K tomu dochází běžně při kontaminaci prášku uhlíkem nebo kyslíkem během zpracování, nebo se záměrně vyvolává přidáním např. Ti, C, V, Nb. Z Obr. 4 lze vidět, že precipitačně zpevněné slitiny mají výrazně vyšší mez kluzu a zároveň nižší tvárnost, což platí pro válcovanou i neválcovanou variantu materiálu [18–21].

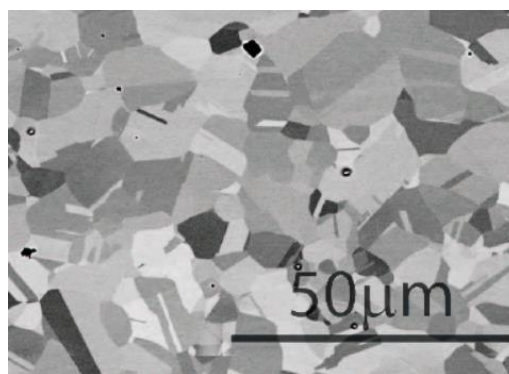
Ačkoliv je mechanické chování Cantorovy slitiny při pokojové teplotě stejné jako u konvenčních slitin, při poklesu na 77 K (teplota kapalného dusíku) dochází ke zvýšení pevnosti. Zároveň nedochází k takovému snížení lomové houževnatosti a tvárnosti. Lze to vidět na Obr. 3, kde slitina dosahuje nejvyšší pevnosti i tvárnosti při teplotě 77 K. To je způsobeno hlavně změnou deformačního mechanismu. Za nízkých teplot dochází totiž krom běžného skluzu dislokací i k dvojčatění, což zvyšuje tvárnost slitiny [18].



Obr. 3: Vliv velikosti zrna a teploty na mechanické vlastnosti Cantorovy slitiny [18].



Obr. 4: Vliv % C na vlastnosti HEAs [19].

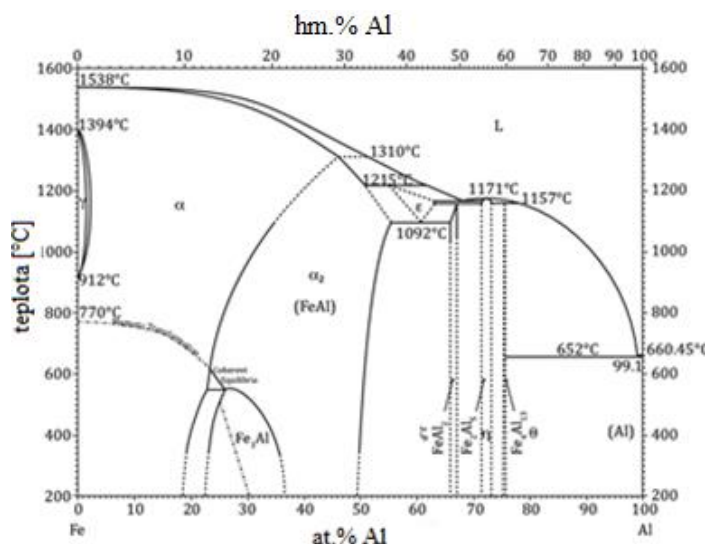


Obr. 5: Mikrostruktura Cant. slitiny [22].

2 Slitina FeAlO

Slitiny železa a hliníku jsou velmi zajímavou a perspektivní skupinou materiálů. Vzhledem ke svému vysokému obsahu Al se pokrývají vysoce stabilním oxidem Al_2O_3 díky čemuž mají vysokou odolnost proti oxidaci, sulfidaci a degradaci v prostředí solí a chloridů i za velmi vysokých teplot. Nevýhodou těchto slitin je nízká mez kluzu a nízká houževnatost především za pokojových teplot. Jejich mechanické vlastnosti se dají vylepšit přidáním Mo, Zr, C a mikrolegováním pomocí B, který zvyšuje houževnatost odstraněním vodíkové křehkosti. Slitiny FeAl jsou díky své vysoké teplotní stabilitě, nízké ceně vstupních surovin a nízké hustotě vhodnými kandidáty na díly tepelných výměníků, výfukových systémů a pecí [23, 24].

Binární diagram železa a hliníku (viz Obr. 6) je typický velkým rozdílem teplot tavení železa a hliníku. V diagramu se objevuje velké množství intermetalických fází. Nejdůležitější z nich jsou intermetalika FeAl a Fe_3Al , které jsou v praxi úspěšně využívány díky jejich nízké ceně, vysoké odolnosti proti oxidaci, sulfidaci a korozi v prostředí chloridů a solí. Jejich nevýhodou je ovšem stále nízká houževnatost. Intermetalika s vyšším obsahem hliníku, např. FeAl_2 , Fe_2Al_5 se kvůli své nestabilitě a nízké houževnatosti nepoužívají. Nejlepší kombinace mechanických vlastností a odolnosti vůči prostředí dosahují slitiny s obsahem hliníku v rozmezí 22–25 hm.%. Tvárnost a pevnost těchto slitin silně závisí především na velikosti zrna. Lité slitiny s velikostí zrna 200–400 μm dosahují pevnosti 400 MPa až do teplot 700 °C a tažnost 2 %. Nízká tažnost litých slitin bývá způsobena především vodíkovou křehkostí na hranicích zrn vytvářející kriticky velké defekty. Slitiny s menším zrnem (2–50 μm) vytvořené pomocí práškové metalurgie, nebo mechanicko-tepelným zpracováním dosahují vyšší pevnosti a tažnosti až 15 % [23, 25].



Obr. 6: Binární diagram železa a hliníku [26].

Koncepce slitin FeAlO je založená na přidání kyslíku, respektive oxidů do slitiny během vlastního procesu výroby. Díky procesům práškové metalurgie pak dojde k homogenní distribuci velmi malých oxidických částic ve struktuře, což má za následek zvýšení pevnosti materiálu i za velmi vysokých teplot. Zvýšení pevnostních vlastností je

ale také doprovázeno snížením houževnatosti a tvárnosti materiálu, kvůli inherentním defektům v materiálu vzniklých během přípravy práškovou metalurgií a nižší pohyblivosti dislokací krystalovou mřížkou vlivem přítomnosti oxidických precipitátů v mikrostruktuře. Díky své vysoké pevnosti za vysokých teplot, odolnosti vůči agresivním prostředím a nízké ceně a hustotě materiálu by tato slitina mohla být použita pro výrobu tepelných výměníků v energetice např. chladicí potrubí s roztavenými kovy [23, 27].

2.1 Vznik oxidů v mikrostruktuře

Creepová pevnost slitiny FeAlO je dána zejména disperzí oxidických částic v mikrostruktuře. Ideální velikost oxidů pro dosažení maximálního zpevnění je v rozmezí 5-30 nm [27]. Pro dosažení takto jemné disperze částic je u konvenčních slitin nutný proces spontánní precipitace z přesyceného tuhého roztoku. Ten vzniká z různých důvodů. Například u ocelí je to kvůli různé rozpustnosti uhlíku v austenitu a feritu. To způsobí, že při fázové transformaci austenitu vzniká přesycený tuhý roztok feritu a uhlíku ze kterého následně precipitují karbidy. Tato metoda je ovšem pro vznik přesyceného tuhého roztoku kyslíkem nepoužitelná, protože kyslík má ve feritu, austenitu i v tavenině jen velmi malou rozpustnost. U ODS (Oxide dispersion strengthened) ocelí a dalších materiálů vyrobených metodami práškové metalurgie dochází ke tvorbě jemné disperze oxidických částic jiným mechanismem, než je rozpad přesyceného tuhého roztoku. V průběhu mechanického legování práškového materiálu dochází k výrazné plastické deformaci prášku a tím i ke zvýšení dislokační hustoty v mikrostruktuře. Do vzniklých dislokačních shluků poté dochází k difuzi atomů kyslíku, které se nemohou rozpustit v tuhé fázi. Zdrojem kyslíku mohou být práškové oxidy přidané do práškové směsi, nebo kyslík z okolního plynu [28]. Tyto oblasti s vyšším obsahem kyslíku poté v průběhu mechanického legování fungují jako iniciační oblasti pro vznik zárodků oxidických precipitátů. Oxidické precipitáty mají v tuto chvíli procesu velikost řádu jednotek nanometrů, nebo jsou dokonce subnanometrické [28]. To výrazně ztěžuje jejich detekci a v mnohých pracích nebývá přítomnost těchto částic v prášku po mechanickém legování analyzována. V průběhu zhutňování materiálu je vlivem zvýšení teploty umožněna difuze atomů v materiálu i na dlouhou vzdálenost. Dochází tak ke zhrubnutí některých oxidických precipitátů a snížení celkového počtu těchto precipitátů v mikrostruktuře [28]. Hnací silou tohoto procesu je snížení celkové mezifázové energie oxidických hranic. Podle složení materiálu může v této fázi docházet ke zvětšování původních oxidických precipitátů, k obalování původních oxidických zárodků jiným oxidem (podle principu tzv. „core-shell“ efektu) nebo k nahrazení původních meta-stabilních oxidických precipitátů stabilnějšími oxidy. Přesný mechanismus a jeho aplikace jsou však ještě stále v řešení vědeckou komunitou. To může být také způsobeno malou velikostí zárodků oxidických precipitátů v průběhu mechanického legování.

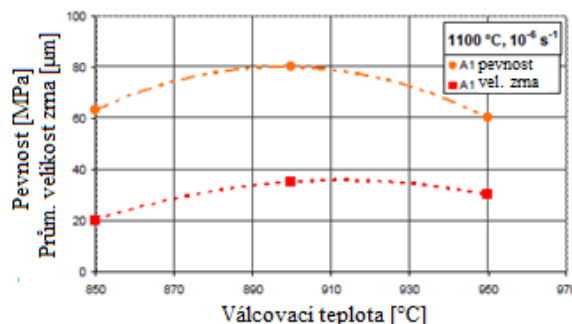
2.2 Mikrostruktura a její vliv na vlastnosti FeAlO

Koncepce slitiny FeAlO vyvíjené na ÚFM AV ČR je založena na relativně nízkému obsahu hliníku (~ 10 hm. %), který zaručuje tvorbu tuhého roztoku α s BCC mřížkou, ve kterém jsou mezi atomy železa substitučně rozpuštěny atomy Al. Postupy práškové

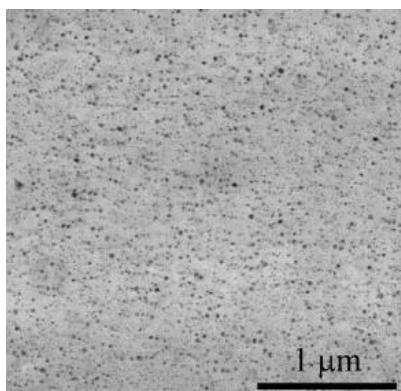
metalurgie, respektive mechanického legování, je slitina zpevněna disperzí oxidických částic (viz Obr. 8). Z binárního diagramu železa a hliníku (viz Obr. 6) lze vidět, že v průběhu ochlazování slitiny s obsahem 1,5 až 10 hm.% Al nedochází k fázové transformaci tuhého roztoku. To je způsobeno přítomností hliníku v matici, který má feritotvorný účinek a způsobuje zmenšení oblasti austenitu v binárním diagramu Fe-Al. Díky tomu si slitina FeAlO zachovává své vlastnosti i při vysokých teplotách [27, 29].

Pro creepovou pevnost slitiny je důležitá velikost zrn matrice. Při vysokých teplotách totiž hranice zrn působí jako „rychlé difuzní cesty“ pro dislokace a urychlují tak deformaci materiálu. Proto je z hlediska creepových vlastností vhodnější slitina FeAlO s velkými zrny. Tuto závislost potvrzují i výsledky mechanických zkoušek provedené Dymáček a spol. (viz Obr. 7). K růstu zrn ve struktuře dochází v průběhu vysokoteplotního válcování slitiny, přičemž největší vliv na výslednou velikost zrn má teplota válcování a výdrž na této teplotě [27, 29].

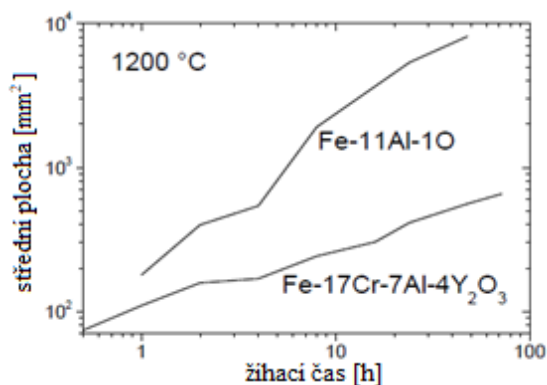
Další vliv na creepovou pevnost mají oxidy zpevňující matici. Creepová pevnost slitiny stoupá se zmenšující se velikostí oxidů ve struktuře. Velký vliv na velikost oxidů má teplota a rychlost válcování. Proto je velmi důležité tento krok správně optimalizovat. Dále je snaha omezit hrubnutí oxidů se zvyšující se teplotou. Toho lze například dosáhnout nahrazením oxidů hliníku termodynamicky stabilnějšími oxidy yttria (viz Obr. 9). Ty se přidávají ve formě prášku při mechanickém legování. Koherentní částice oxidů mohou přispívat ke zvýšení deformačního napětí slitiny a tedy i k její vyšší creepové pevnosti [27, 29, 30].



Obr.7: Vliv velikosti zrna na pevnost slitiny FeAlO [29].



Obr. 8: Mikrostruktura FeAlO [27].



Obr. 9: Vliv žhání na velikost zrna [27].

2.3 Mechanismy zpevnění kovových materiálů

Zpevnění materiálu je velmi úzce spojeno s pohyblivostí dislokací v materiálu a jejich interakcemi s překážkami ve struktuře. K plastické deformaci materiálu dojde v případě, že vlivem vnějšího zatížení materiálu překročí napětí v určitých krystalografických rovinách tzv. kritické skluzové napětí. To způsobí skluz dislokací v těchto rovinách, které zapříčiní plastickou deformaci materiálu. Mechanismy zpevnění materiálu zvyšují kritické skluzové napětí, nebo jinak zpomalují nebo zcela zastavují skluz dislokací. Mezi základní mechanismy zpevnění patří: zpevnění atomy příměsí v tuhém roztoku, deformační zpevnění, zpevnění hranicemi zrn a zpevnění precipitáty. Jednotlivé mechanismy budou vysvětleny v této kapitole s důrazem na zpevnění hranicemi zrn a precipitáty [31].

2.3.1 Zpevnění substitučními a intersticiálními atomy

Atomy příměsí mohou jednak nahrazovat atomy mřížky v jejich polohách (substituční atomy) nebo se mohou usazovat v určitých prostorách mezi atomy mřížky (intersticiální atomy). Oboje způsobuje deformaci krystalové mřížky a vytváří se tím lokalizované napěťové pole, které interaguje s procházejícími dislokacemi. Síly působící na dislokace mohou být přitažlivé i odpudivé, podle velikosti a polohy příměsí v mřížce. Oboje má však za následek zpomalení pohybu dislokací a tím zpevnění materiálu. Za zvýšených teplot je možné dosáhnout zvýšené mobility těchto atomů, především intersticiálních atomů. Ty často difundují do nízkoenergetických poloh na hranici dislokací a tvoří tzv. Cottrellovy atmosféry, které způsobují upevnění dislokací v krystalové mřížce a další zpevnění materiálu [31].

2.3.2 Deformační zpevnění

Během probíhající deformace dochází v materiálu k výraznému zvýšení hustoty dislokací. V případě, že je aktivován pouze jeden skluzový systém, deformační zpevnění je pak minimální a zvýšení hustoty dislokací se téměř neprojevuje. To je ovšem spíše teoretický případ a v běžných podmínkách dochází i k aktivaci dalších skluzových systémů. Pro pohybující se dislokaci pak dislokace z ostatních skluzových systémů vytvářejí tzv. „dislokační les“, který jí brání v pohybu a zvyšuje se tak potřebné napětí pro její další pohyb. Míra deformačního zpevnění je pak nepřímo úměrná vzdálenosti mezi jednotlivými dislokacemi ostatních skluzových systémů.

2.3.3 Zpevnění hranicemi zrn

Hranice zrn jsou v běžných podmínkách významnou překážkou pro dislokace pohybující se skluzem. Proto není překvapivé, že se zmenšující se střední velikostí zrna d se zvyšuje pevnost materiálu. To potvrzuje i empiricky odvozený Hall-Petchův vztah, jedna z nejdůležitějších metalografických rovnic.

$$\sigma_Y = \sigma_0 + k_y d^{-1/2} \quad (2.1)$$

Kde σ_0 představuje základní odpor mřížky při pohybu dislokací, k_y je specifická konstanta pro každý materiál a d je střední velikost zrna [32, 33].

Podle Hall-Petchova vztahu má tedy velikost zrna významný vliv na mez kluzu materiálu, což je v praxi hojně využíváno. Vztah je platný do velikosti zrn 10-50 nm. U materiálů s takto malými zrny totiž dochází se zmenšením zrna naopak ke snížení meze kluzu. Důvod tohoto poklesu i přesný mechanismus zpevnění hranicemi zrn je stále ještě diskutován. V této práci je popsán jeden z prvních modelů mechanismu vysvětlující Hall-Petchův vztah - tzv. nakupení dislokací „pille up“. Další modely jsou např. „source theory“ nebo „work hardening theory“ [32, 33].

Při aplikování napětí dochází v zrně ke skluzu existujících dislokací výhodně orientovanou skluzovou rovinou. Zároveň dochází ke generování dalších dislokací pomocí Frank-Readových zdrojů. Dislokace se pohybují mřížkou, dokud nenarazí na hranici zrna, kde se začnou kumulovat. S přibývajícím množstvím dislokací na hranici zrna se začne tvořit nakupení dislokací tzv. „pille up“, které nedokážou překonat hranici zrna. Toto nashromáždění dislokací začne generovat vlastní napětové pole. Při dostatečném nakupení pak dochází k zvýšení intenzity napětového pole, což má za následek zaktivování Frank-Readových zdrojů ve vedlejším zrně. Tímto způsobem se poté šíří plastická deformace do okolních zrn. Tento model jako první vysvětlil šíření plasticity v polykrystalickém materiálu a vliv velikosti zrna na pevnost materiálu podle Hall-Petchova vztahu [32].

2.3.4 Zpevnění precipitáty

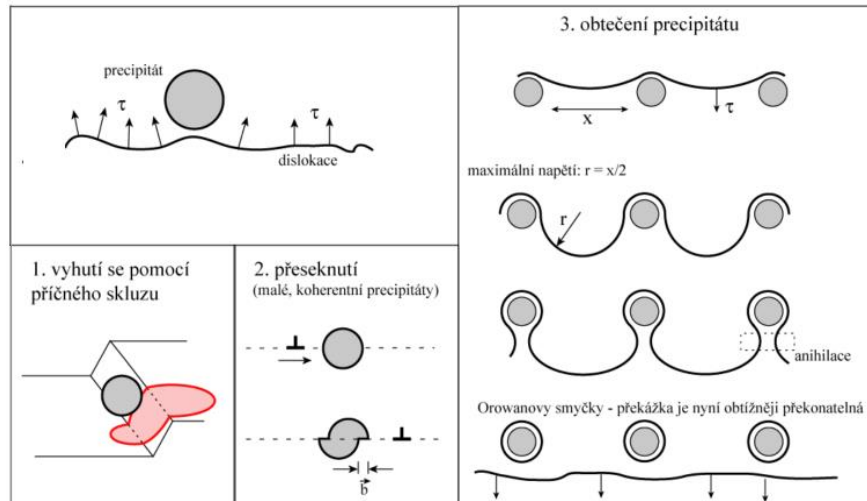
Míra zpevnění matrice precipitáty závisí na hustotě precipitátů, jejich velikosti a typu mezifázového rozhraní. V případě rozhraní rozlišujeme 3 základní typy: koherentní, semikoherentní a nekoherentní. U koherentního rozhraní na sebe atomové roviny precipitátu a matrice úplně navazují a většinou se vyskytuje pouze u velmi malých precipitátů. U semikoherentního rozhraní na sebe atomové roviny navazují pouze částečně a rozdíl mřížkových parametrů je kompenzován pravidelně uspořádanými dislokacemi (tzv. misfit dislokacemi). A nakonec u nekoherentního rozhraní na sebe atomové roviny nenavazují vůbec. Tento typ rozhraní se vyskytuje u velkých precipitátů s výrazně odlišným mřížkovým parametrem oproti matici. Napětové pole, tedy i zpevnění matrice, způsobené takovým precipitátem je výrazně menší než u předchozích dvou typů rozhraní [31].

Zpevnění precipitáty probíhá skrz jejich interakce s pohybujícími se dislokacemi. V případě, že precipitát leží ve skluzové rovině dislokace, dochází k jejímu ovlivnění napětovým polem. Existuje několik možností, jak dislokace může tuto překážku překonat, ale všechny případy znamenají dodatečnou spotřebu deformační energie a tím zpevnění materiálu [31].

- Dislokace se může precipitátu vyhnout pomocí příčného skluzu a následně pokračovat v pohybu v jiné skluzové rovině (viz Obr. 12). Za pokojových teplot je toto možné pouze u šroubových dislokací. U hranových nebo smíšených dislokací je tento mechanismus možný pouze za vysokých teplot [31].
- Pokud je precipitát koherentní nebo semikoherentní, může dojít k jeho tzv. přeseknutí. K tomu dochází v případě, že dislokace projde skrz precipitát a způsobí tak vzájemné posunutí dvou polovin precipitátu (viz Obr. 12). To zmenší průřez precipitátu pro další dislokace, které pak mohou projít precipitátem snadněji. Proto se jedná o změkčující mechanismus zpevnění.

To znamená, že se zvětšující deformací se snižuje napětí potřebné k přeseknutí precipitátu [31].

- V případě nekoherentního precipitátu je průchod dislokace skrz precipitát mnohem obtížnější, ne-li nemožný. Jednodušším mechanismem překonání takové překážky je tzv. Orowanovo obečení (viz Obr. 10). Dislokace se během tohoto mechanismu prohne okolo precipitátu natolik, že dojde k jejímu propojení za precipitátem, čímž ho překoná. Během tohoto procesu zůstává kolem precipitátu dislokační smyčka, která ztěžuje průchod dalších dislokací [31].



Obr. 10: Mechanismy zpevnění precipitáty [31].

3 PRÁŠKOVÁ METALURGIE

Prášková metalurgie (PM) se zabývá výrobou práškových kovů a jejich zpracováním do konečného tvaru výrobku, aniž by došlo k roztavení jejich hlavních složek. Proces PM se skládá ze dvou základních operací: přípravy kovového prášku a jeho následného zhutňování do konečného výrobku. Pomocí PM lze zpracovávat široké spektrum materiálů pro aplikace téměř ve všech odvětvích [34].

Odlišný přístup PM ke zpracování kovových materiálů ve srovnání s konvenční metalurgií má několik výhod. Umožňuje kombinovat komponenty, ze kterých by konvenční metalurgií bylo obtížné, či nemožné vytvořit slitinu. Zejména se jedná o komponenty s velmi rozdílnou teplotou tavení, s omezenou vzájemnou rozpustností a velmi rozdílnými hustotami. Dále se PM úspěšně používá u výroby slitin a kovů s vysokou tavící teplotou, kde nemusí dojít k roztavení komponent a celý proces je tak energeticky méně nákladný. Další předností PM je hospodárnost výroby. Je možné vytvářet tvarově složité výrobky s úzkými rozměrovými tolerancemi, často bez potřeby dalšího obrábění. Tyto skutečnosti umožňují zjednodušit a zlevnit proces výroby komponent a snížit množství obráběného materiálu [34].

Jelikož u PM nedochází k roztavení celého objemu vstupního materiálu vznikají ve výsledné struktuře póry, dutiny a další defekty podobně jako u keramických materiálů konsolidovaných slinovacím procesem. Slitiny vzniklé PM mají tedy obecně nižší pevnostní, deformační a lomové vlastnosti ve srovnání se slitinami připravenými pomocí konvenční metalurgie [34].

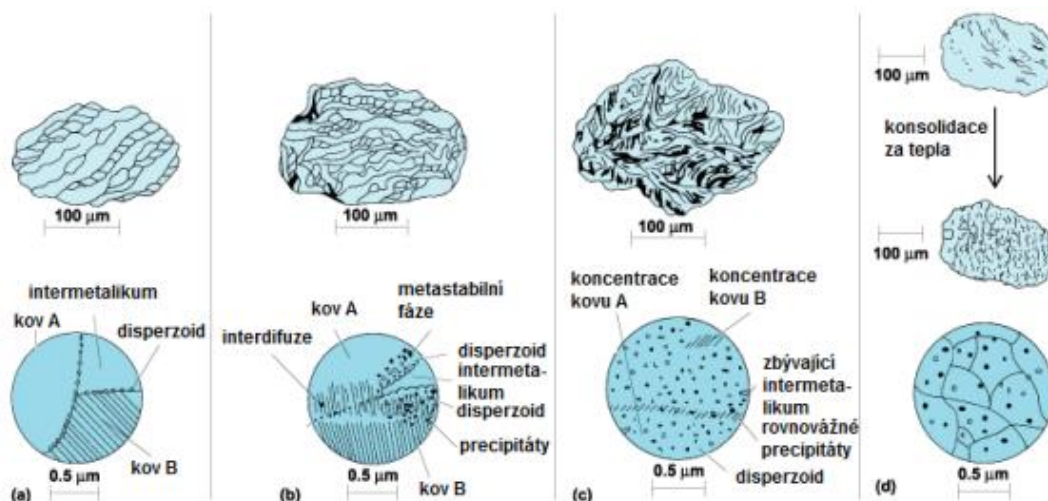
3.1 Mechanické legování

Mechanické legování (mechanical alloying MA) je proces mletí kovových prášků. Proces MA má dvě primární úlohy: i) výrobu práškových kovových kompozitů s homogenním složením a ii) rozmělnění vstupních prášků. Oboje je dosaženo působením mlecích elementů na kovový prášek vlivem rotace mlecího zařízení – kulového mlýnu. Na MA se používají vysoce energetické kulové mlýny nebo atritory, které umožňují intenzivnější mletí vstupních prášků. Jako mlecí elementy se používají koule, válečky tyče atd., vyrobené z nelegované oceli, korozivzdorné oceli, keramik nebo tvrdokovu v závislosti na tvrdosti, melivosti a čistotě vstupních prášků. Vlastní mletí se pak uskutečňuje mechanickými nárazy tvrdých mlecích těles, vynášených rotačním pohybem mlýnu, na vstupní práškový materiál. Blíže bude mechanismus MA popsán v další kapitole. Mletí probíhá za sucha nebo za mokra, přičemž za mokra se do procesu mletí přidávají povrchově aktivní látky, které ovládají rovnováhu mezi lomem a spojováním částic vstupních prášků [35, 36].

3.1.1 Mechanismus mechanického legování

Výsledkem působení mlecích elementů na vstupní prášky je nepřetržitý cyklus plastické deformace, lomu a opětovného spojení studeným svarem mezi nově

vznikajícími povrchy. Legování tedy probíhá opakovaným lomem a svářením částic, kdy každý takový cyklus snižuje lamelární vzdálenost mezi jednotlivými vstupními složkami, viz Obr. 11. Se zvyšujícím se časem mletí se zvyšuje homogenita nově vznikající fáze a blíží se rovnovážnému chemickému složení vstupních prášků. Jednotlivá specifika mechanismů se liší podle typu částic vstupních prášků. Obecně lze všechny případy rozdělit do tří systémů – systém tvárný-tvárný, tvárný-křehký a křehký-křehký [34, 37].



Obr. 11: Mechanismus mechanického legování [34].

Systém tvárný-tvárný je neoptimálnější systém procesu MA. V první fázi dochází k výraznému zploštění částic. Určitá část prášku se v této fázi zachytí na mlecí elementy a vytvoří na jejich povrchu ochranný film, který zabraňuje opotřebení mlecích elementů a také potlačuje kontaminaci prášku částicemi vzniklými při abrazi. V druhé fázi dochází k nárůstu velikosti částic vlivem spojování zploštělých částic prášku do lamelární struktury. Při další fázi se nově vzniklé částice dále deformují, čímž se vyčerpává jejich plasticita a dochází k jejich lomu. Během této fáze se postupně zmenšuje velikost částic i lamelární vzdálenost mezi jednotlivými vrstvami. V poslední fázi vzniká rovnovážná homogenní slitina s chemickým složením původních prášků. To je způsobené difúzním promícháním původních komponent, které je umožněno zkrácením difúzních cest mezi jednotlivými složkami a zvýšením difúzní rychlosti přítomností velkého počtu krystalových defektů [35, 37].

U systému tvárný-křehký se v první fázi tvárné částice deformují a zplošťují, zatímco u křehkých částic dochází k lomu. Tvárné částice tvoří lamelární strukturu a křehké částice se zachytávají mezi lamelami. S pokračující plastickou deformací se snižuje mezilamelární vzdálenost a zvyšuje teplota prášku. Oboje podporuje difúzi mezi jednotlivými složkami a dochází k tvorbě slitiny. Proces je ukončen v okamžiku, kdy je prášek dostatečně homogenizován [35, 37].

Při mletí dvou křehkých komponent nejdříve dochází k postupnému lomu částic a redukci velikosti až do nanočástic. Při dosažení dostatečného rozmělnění prášků se křehké komponenty začínají chovat tvárně. Následkem toho dochází k obklopení tvrdších částic matricí tvárnějších částic. Mechanické legování systému křehký-křehký se obecně provádí za vyšších teplot, aby se dosáhlo dostatečného difúzní promíchání z důvodu delších vzdáleností mezi jednotlivými složkami [35, 37].

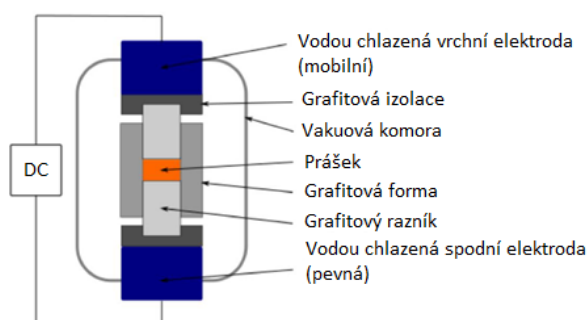
3.2 Metody zhutňování práškových materiálů

Připravený práškový materiál je následně potřeba slinovat a zkonsolidovat do hutného tělesa o daných rozměrech a vlastnostech. Cílem zhutňovacích procesů je tvorba materiálu s nízkou pórovitostí, vysokou pevností, homogenní strukturou a malou velikostí zrna. Toho je dosaženo působením teploty, tlaku a dalších parametrů během procesu zhutňování. V další části této kapitoly budou popsány způsoby zhutňování použité u slitin zkoumaných v této práci [34].

3.2.1 Spark plasma sintering (SPS)

Spark plasma sintering je metoda zhutnění a slinování prášku kombinací vlivu vysoké teploty a tlaku. Prášek je vložen do grafitové nádoby mezi dva grafitové razníky, které zároveň slouží jako elektrody, viz Obr. 12. Při zhutňování dochází ke stlačování prášku razníky a zároveň k jeho ohřevu pomocí proudu procházející zhutňovaným práškem. Pro ohřev se používá pulsní i nepulsní stejnosměrný proud o nízkém napětí (desítky voltů) a vysokém proudu (tisíce ampérů). Metodu SPS je možné používat i pro nevodivé prášky (např. keramické prášky), kde proud prochází skrz grafitovou nádobu a prášek je ohříván přestupem tepla z nádoby [38].

Největší výhodou metody SPS je rychlost ohřevu materiálu, která řádově převyšuje ostatní metody zhutňování prášku (až 1000 K/min). Zároveň ke slinování dochází obecně při nižších teplotách v rozmezí od 200 do 2400 °C. Díky tomu je SPS velmi rychlá metoda s délkou cyklu v řádu minut až nízkých desítek minut. To omezuje zhrubnutí zrn během slinování a umožňuje vytvářet jemnozrné materiály s vysokým stupněm zhutnění. Další výhodou je odstranění nečistot a oxidů z povrchu práškových částic. To je způsobeno lokálním zvýšením teploty v oblastech mezi částicemi vlivem elektrických výbojů. Na druhou stranu může být SPS použito pouze na výrobu velmi jednoduchých tvarů, kdy se nejčastěji jedná o tzv. „puky“, tedy válce s malou výškou. U tvarově složitějších součástí totiž může dojít k nedostatečnému zhutnění některých částí kvůli jednoosému zatížení v průběhu zhutňování [38, 39].



Obr. 12: Schéma přístroje na Spark plasma sintering (SPS) [39].

Během SPS metody je stejnosměrný elektrický proud veden razníky skrz slinovaný prášek. Ten je ohříván tepelnými ztrátami vzniklými průchodem elektrického proudu, tzv. Joulovým teplem (viz rovnice 3.1). V prostorech mezi částicemi dochází při tomto procesu k elektrickým výbojům, které lokálně zahřívají plyn na několik tisíc °C a způsobují tak natavení okolních ploch částic prášku. V těchto místech dochází k propojení jednotlivých částic prášku a vznik prvotních krčků. Obsah průřezu vzniklého

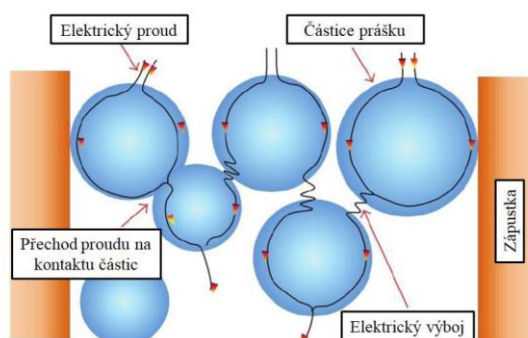
krčku je daleko menší než v objemu prášku, takže i lokální elektrický odpor je vyšší a tím Jouelovo teplo vznikající průchodem proudu je vyšší (viz rovnice 3.1). To má za následek další zahřívání těchto oblastí, které urychluje růst krčků a spojování částic [39].

$$Q = I^2 \cdot R \cdot t \quad (3.1)$$

Kde Q je Jouelovo teplo, I je elektrický proud, R je elektrický odpor a t je čas.

Ke konsolidaci materiálu v průběhu SPS procesu také přispívají děje vzniklé synergickým účinkem jednotlivých fyzikálních veličin. Vlivem vysoké teploty při přeskoku elektrické jiskry vzniká v prostoru mezi částicemi plasma, což bylo experimentálně dokázáno týmem Zhang a spol [40]. Vzniklý tok iontů poté urychluje difuzi v dané oblasti. Vznik plasmatu též vede ke snížení oxidických nečist na povrchu práškových částic. Oba jevy mají příznivý vliv na homogenizaci výsledné struktury materiálu [38].

Vlivem aplikovaného zatížení dochází k deformaci práškových částic a dalšímu zhutnění materiálu. Tento proces je ještě umocněn účinkem elektrického pole pomocí tzv. elektroplastického efektu. Bylo zjištěno, že při aplikaci mechanické deformace v elektrickém poli dochází ke zvýšení hustoty pohyblivých dislokací. Tento jev je způsoben vodivostními elektrony, které svoji energii předávají dislokacím a pomáhají jim překonat energetické bariéry v krystalové mřížce [41].



Obr. 13: Model procesu Spark plasma sintering (SPS) [22].

3.2.2 Válcování

Válcování kovového prášku je především používáno na výrobu plochých polotovarů. Prášek lze válcovat za normálních i zvýšených teplot, kdy vyšší teplota procesu podporuje zhutnění a slnutí prášku. Zhutňování prášku je vyvoláno třením mezi protiběžně se otáčejícími válci a práškovými částicemi. Působící síly na prášek vzrůstají postupně a dosahují maximální hodnoty v nejužším bodě mezi válci. Působící tlak na prášek tak vzrůstá pozvolna. Nevýhodou válcování je jeho pomalý průběh, který může při vysokých teplotách procesu způsobit růst zrn a oxidaci materiálu. Proti oxidaci lze materiál ochránit uzavřením do pouzdra z měkkého ocelového plechu. Pouzdro během procesu zoxiduje, takže ho lze od výlisku po procesu odloupnout, popř. odmořit. Válcovaná struktura je anizotropická s velkým rozdílem vlastností ve směru kolmém na válcování a ve směru válcování. V průběhu válcování také dochází k výraznému protažení zrn ve směru válcování a deformačnímu zpevnění materiálu. Proto se po válcování doporučuje následné popouštění materiálu, často zařazené kontinuálně za válcovacími stolicemi [34, 42].

4 LOMOVÁ MECHANIKA

Lomová mechanika se zabývá popisem mezního stavu tělesa s trhlínami. Podle míry zplastizování materiálu během iniciace a šíření trhliny se rozděluje na dva přístupy – Lineárně elastickou lomovou mechaniku (LELM) a Elasto-plastickou lomovou mechaniku (EPLM) [43].

4.1 LELM

4.1.1 Hnací síla trhliny

Koncept hnací síly trhliny G vychází z Griffithova energetického modelu. Hnací sílu trhliny G lze definovat jako rychlost uvolňování elastické energie W_{el} při růstu trhliny dA . Výsledný vztah pro hnací sílu trhliny G [43–45].

$$G = \frac{\pi \sigma^2 \cdot a}{E} \left[\frac{(MPa)^2}{MPa} m = \frac{MJ}{m^2} = \frac{MN}{m} \right] \quad (4.1)$$

Chování tělesa s trhlínou je následně vyhodnoceno porovnáním zjištěné hnací síly trhliny G při daném zatížení s hodnotou lomové houževnatosti materiálu, která se značí G_c , popř. R a má význam derivace energie potřebné pro vznik nových povrchů W_s podle přírůstku plochy trhliny dA . (viz rovnice 4.2).

$$G_c = R = \frac{dW_s}{dA} = 2w_f = 2 \cdot (\gamma_p + \gamma_s) \quad (4.2)$$

Kde w_f energie spotřebovaná při růstu a je součtem plastické práce γ_p a povrchové energie γ_s [43, 45].

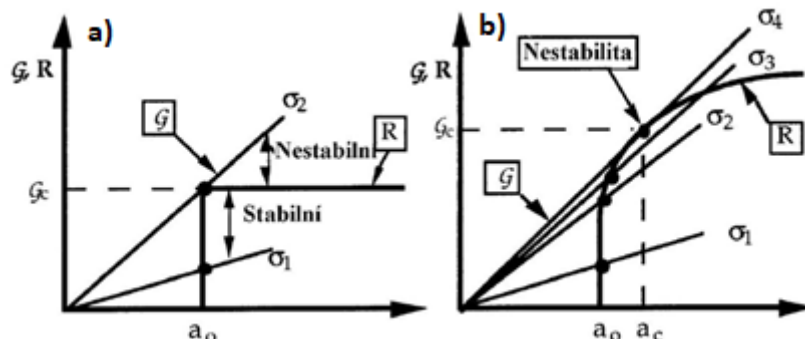
U materiálů se objevují obecně dva typy chování při růstu trhliny. U prvního typu je lomová houževnatost při růstu trhliny konstantní a značíme jí G_c . K lomu tělesa pak dochází pokud $G \geq G_c$. U druhého typu dochází ke zvyšování lomové houževnatosti při růstu trhliny a značíme jí R . Lomové chování u těchto materiálů vyhodnocujeme pomocí R -křivky, která je v principu buď závislá nebo nezávislá na délce trhliny (viz Obr. 14) [43, 44].

Podle závislosti veličin G a R na délce trhliny a může dojít ke dvěma případům růstu trhliny:

- **Stabilní růst** – trhlina se nešíří, pokud neroste zátěžná síla
- **Nestabilní růst** – trhlina se šíří samovolně, bez nutnosti dalšího zatěžování

Na Obrázku 14 a) lze vidět, že lomová houževnatost G_c je nezávislá na délce trhliny a . Pokud zatěžující síla vyvolá na napětí σ_1 nedojde k šíření trhliny, protože nebyla splněna podmínka $G \geq G_c$ pro délku trhliny a_0 . Při vyvolání napětí σ_2 je naopak podmínka $G \geq G_c$ splněna pro jakoukoliv délku trhliny a , tudíž dochází k nestabilnímu šíření a k lomu tělesa [43, 44].

Na Obrázku 14 b) je lomová houževnatost R závislá na délce trhliny a . U napětí σ_2 tedy existuje oblast platnosti podmínky $G \geq R$ pouze pro interval délek trhliny $\langle a_0; a_1 \rangle$. Při tomto zatížení proto dojde ke stabilnímu růstu trhliny o Δa . Napětí σ_3 je tečné k R -křivce a růst trhliny je v tomto případě již nestabilní [43, 44].



Obr. 14: R -křivka: a) nezávislá na délce trhliny; b) závislá na délce trhliny [44].

Podmínky stabilního či nestabilního růstu trhliny lze matematicky zapsat takto:

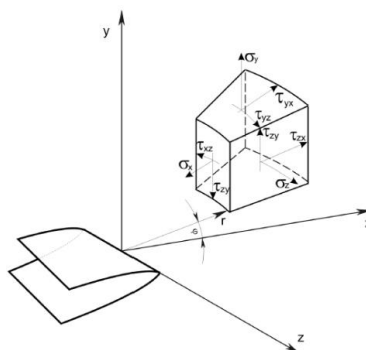
- **Stabilní růst:** $G = R$ a současně $\frac{\partial G}{\partial a} < \frac{\partial R}{\partial a}$
- **Nestabilní růst:** $G = R$ a současně $\frac{\partial G}{\partial a} \geq \frac{\partial R}{\partial a}$ [43, 44]

4.1.2 Faktor intenzity napětí

Za předpokladu izotropního lineárně-elastického materiálu lze odvodit vztah pro napjatost na čele trhliny. Při použití polárního souřadnicového systému s počátkem v čele trhliny (viz Obr. 15), lze napěťové pole popsat použitím tzv. Williamsova rozvoje (viz rovnice 4.3) [43, 44].

$$\sigma_{ij} = \left(\frac{k}{\sqrt{r}} \right) \cdot f_{ij}(\theta) + \sum_{m=0}^{\infty} a_m \cdot r^{\frac{m}{2}} \cdot g_{ij}^m(\theta) \quad (4.3)$$

Kde σ_{ij} jsou jednotlivé složky tenzoru napětí, k je konstanta, r a θ jsou polární souřadnice a $f_{ij}(\theta)$, $g_{ij}^m(\theta)$ jsou bezrozměrné veličiny závislé pouze na úhlu θ .



Obr.15: Souřadný systém před čelem trhliny [43].

V okolí čela trhliny, kde r se blíží k nule dochází k výraznému růstu prvního členu

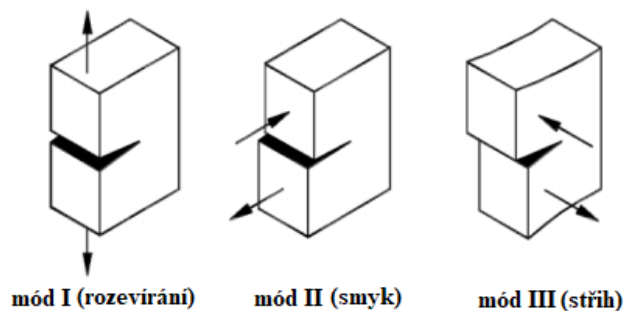
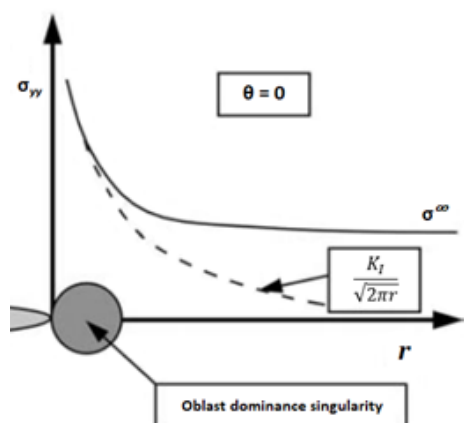
Williamsova rozvoje, který je závislý na $\frac{1}{\sqrt{r}}$. V okolí čela trhliny vznikne oblast singularity (viz Obr. 16), kde můžeme napětí popsat pouze pomocí prvního členu rozvoje. Díky tomu lze napětí na čele trhliny popsat jedním parametrem, tzv. faktorem intenzity napětí K , který je vyjádřen rovnicí 4.4. V okamžiku iniciace lomu nabývá K své kritické hodnoty K_C , která charakterizuje odolnost materiálu proti iniciaci trhliny [43, 44].

$$K = k \cdot \sqrt{2\pi} \quad (4.4)$$

Na čele trhliny se předpokládají tři různé módy zatížení (otevírání, smyk, stříh), nebo jejich superpozice (viz Obr. 17). Módy zatížení se označují římskou číslicí, která se přidává k faktoru intenzity napětí K jako dolní index římská číslice, která určuje mód zatěžování. Z hlediska růstu trhliny je nejkritičtější mód I, který je tedy v praxi nejdůležitější. Při tomto módu je největší zatížení v rovině $\theta = 0$, tedy v rovině trhliny a je rovno:

$$\sigma_{xx} = \sigma_{yy} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}}, \tau_{xy} = 0 \quad (4.5)$$

Průběh napětí σ_{yy} je vyneseno na Obr. 17, ze kterého vyplývá, že rovnice 4.5 platí pouze v oblasti singularity [43, 44].



Obr. 16: Oblast singularity [44].

Obr. 17: Módy zatěžování [32].

Na čele trhliny dochází vlivem vysokých hodnot zatížení k jeho relaxaci za vzniku plastické zóny. Pokud předpokládáme, že materiál může přenést napětí odpovídající maximálně jeho mezi kluzu R_e , je poloměr plastické oblasti r_y^{RN} vyjádřen rovnicí 4.6. Ta platí pouze v blízkosti povrchu tělesa při podmínkách rovinné napjatosti. Uprostřed tělesa, kde jsou podmínky rovinné deformace, je plastická zóna vlivem okolního materiálu potlačena trojosým stavem napjatosti a poloměr plastické oblasti r_y^{RD} je vyjádřen rovnicí 4.7. Při elasto-plastickém řešení musíme brát v potaz, že vznikem plastické zóny dojde k přerozdělení napětí, které je vyšší než R_e a tím ke zvětšení plastické zóny na poloměr r_p vyjádřený rovnicí 4.8.

$$r_y^{RN} = \frac{1}{2\pi} \cdot \left(\frac{K_I}{R_e} \right)^2 \quad (4.6)$$

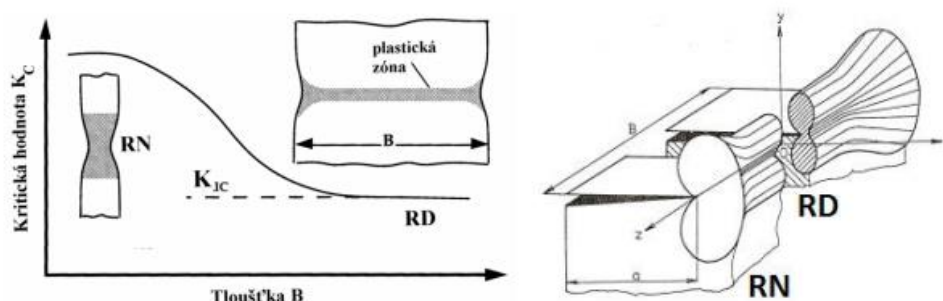
$$r_y^{RD} = \frac{1}{6\pi} \cdot \left(\frac{K_I}{R_e} \right)^2 \quad (4.7)$$

$$r_p = \frac{1}{\pi} \cdot \left(\frac{K_I}{R_e} \right)^2 \quad (4.8)$$

4.1.3 Podmínky rovinné napjatosti a deformace

Na čele trhliny je obecně trojosý stav napjatosti, jehož mezními případy jsou podmínky rovinné napjatosti (RN) a rovinné deformace (RD). Uvnitř tělesa je deformaci zatíženého objemu materiálu na čele trhliny bráněno právě účinkem okolního objemu materiálu, která tak vytváří nenulovou složku napětí ve směru osy z - σ_{zz} . Při dostatečné tloušťce okolního materiálu tento trojosý stav napjatosti nazýváme stavem rovinné deformace (RD). Na povrchu tělesa, kde deformace není bráněna okolním materiálem, dochází k relaxaci materiálu ve směru osy z ($\varepsilon_{zz} \neq 0$.) Složka tenzoru napětí σ_{zz} pak klesá k nule a tento stav nazýváme rovinná napjatost (RN) [43, 46].

Pro určení platné hodnoty faktoru intenzity napětí K_{IC} je nutné v tělese dosáhnout podmínek blízkých RD. To znamená omezení velikosti plastické zóny na čele trhliny, aby byla v porovnání s rozměry tělesa velmi malá. Při dosažení podmínek blízkých RD je hodnota faktoru intenzity napětí K_{IQ} nezávislá na rozměrech a geometrii tělesa a lze ji prohlásit za materiálovou charakteristiku K_{IC} . Při nedosažení podmínek blízkých RD je naměřená hodnota K_C vyšší než skutečná materiálová charakteristika K_{IC} , Obr. 18. Zvýšení faktoru intenzity napětí je způsobeno relaxací napětí-ově-deformačního stavu na čele trhliny a zvětšením plastické zóny [43, 44].



Obr. 18: Vliv tloušťky zkušebního tělesa na K_{IQ} a tvar plastické zóny [43].

4.2 EPLM

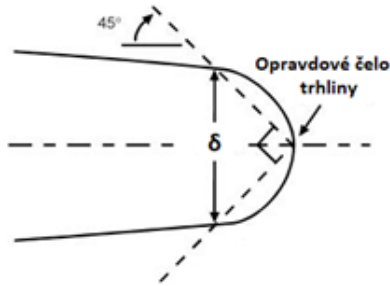
4.2.1 Otevření kořene trhliny (CTOD)

Při zatěžování houževnatého materiálu módem I dochází vlivem větší plastické zóny na čele trhliny k odlišným projevům růstu trhliny než u méně houževnatých materiálů. U houževnatých materiálů se líce trhliny postupně oddalují (tzv. otevírání trhliny) a dochází k otupování ostrého kořene trhliny. Významná úroveň plastické deformace na čele trhliny také způsobuje její zdánlivé prodloužení o poloměr plastické zóny, kdy je popsána tzv. efektivní délka trhliny a_{ef} . Kvůli těmto skutečnostem byla vytvořena

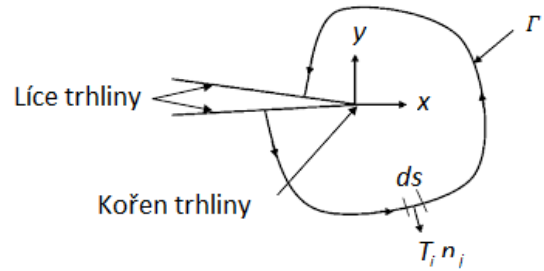
metoda využívající otevírání trhliny jako veličiny charakterizující lomovou houževnatost. Byl zaveden parametr, který je v současné době označován jako CTOD (crack tip opening displacement) nebo δ a má význam přemístění v místě skutečného kořene trhliny za předpokladu efektivní délky trhliny a_{ef} (viz Obr. 24). Výsledné posunutí δ se počítá nezávisle pro elastickou a plastickou část (viz rovnice 4.9) [43, 47].

$$\delta = \delta_{el} + \delta_{pl} = \frac{4}{\pi} \cdot \frac{K_I^2}{R_e E} + \frac{r_p \cdot (W - a) \cdot V_p}{r_p \cdot (W - a) + a}$$

Kde r_p je plastický rotační faktor, a je délka trhliny a V_p je plastická část oddálení lící trhliny. (4.9)



Obr. 19: Čelo trhliny podle CTOD [47].



Obr. 20: Křivkový J-integrál [43].

4.2.2 J-integrál

Dalším parametrem lomové mechaniky v elasto-plastické oblasti zatěžování materiálu je křivkový J-integrál, jehož koncept je založen na představě elasto-plastické deformace jako nelineárně-elastické. Je definován pomocí změny potenciální energie tělesa dU při změně délky trhliny dA (viz rovnice 4.10).

$$J_I = -\frac{dU}{dA} \quad (4.10)$$

J-integrál je definovaný jako křivkový integrál (viz rovnice 4.11) nezávislý na integrační cestě Γ , která je vedena okolo kořene trhliny od jednoho líce trhliny ke druhému. (viz Obr. 20).

$$J = \int_{\Gamma} \left(W dy - T_i \frac{\delta u_i}{\delta x} ds \right) \quad (4.11)$$

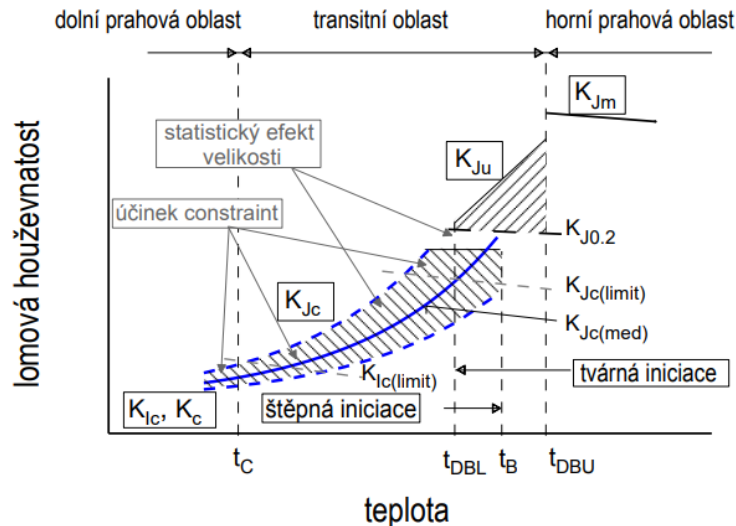
Kde $W = \int_0^{\epsilon_{ij}} \sigma_{ij} d\epsilon_{ij}$ je hustota deformační energie, $T_i = \sigma_{ij} n_{ij}$ je součin tensoru napětí a jednotkového vektoru kolmého na integrační cestu Γ , u_{ij} je vektor posuvů a ds je přírůstek délky trhliny kolmý na Γ [43, 48].

J-integrál charakterizuje pole napětí a deformací před čelem trhliny. Pole má opět oblast singularity a mění se s $r^{-1/(n+1)}$. Tento popis je ovšem platný pouze za podmínky malého rozsahu plastické deformace na čele trhliny, který je vymezen rovnicí 4.12 [43].

$$B, (W - a_0) \geq \frac{25J_Q}{\sigma_0} \quad (4.12)$$

4.3 Platnost lomových charakteristik

Na teplotní závislosti lomové houževnatosti materiálů s BCC mřížkou (viz Obr. 21) lze vidět tři charakteristické oblasti, odlišující se dominantním mechanismem porušování. Pro každou oblast existují odlišné lomové charakteristiky vycházející z teorie lomové mechaniky.



Obr. 21: Teplotní závislost lomové houževnatosti [49].

První je dolní prahová oblast, kde probíhá pouze štěpná iniciace lomu s minimální velikostí plastické zóny před čelem trhliny. V materiálu zpravidla vzniká množství ekvivalentních trhlin a jejich rychlost růstu je řídicím mechanismem lomu. Tato oblast je z vrchu ohraničená teplotou t_C (teplota přechodu na tranzitní oblast) a jsou zde platné principy LELM. Lomová houževnatost materiálu je tedy definována hodnotami K_{IC} , K_{IIC} , K_{IIIC} , podle módu zatěžování [43, 46].

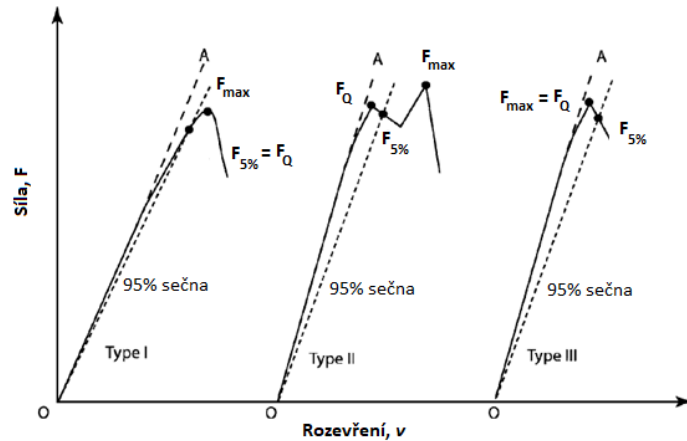
V tranzitní oblasti k iniciaci dochází kombinací štěpného a tvárného mechanismu. Řídicím mechanismem lomu je iniciace většinou jedné magistrální trhliny. Plastická zóna před čelem trhliny je větší než v oblasti dolních prahových hodnot a je tedy nutné použít přístupy EPLM. Lomová houževnatost je definována pomocí J-integrálu, který lze následně přepočítávat na hodnoty K_{JC} (hodnota LH pro okamžik iniciace nestabilního lomu) a K_{JU} (hodnota LH pro okamžik iniciace nestabilního lomu po jisté délce tvárného růstu trhliny o Δa). Tranzitní oblast je zvrchu ohraničená teplotou t_{DBU} (teplota při které nastávají nestabilní lomy po tvárném natržení) [43, 46].

Poslední je horní prahová oblast, kde dochází k tvárné iniciaci lomu a stabilnímu růstu trhliny. Lomová houževnatost materiálu je definována pomocí R-křivky, která vyjadřuje její závislost na délce trhliny [43, 46].

4.4 Metodika měření a vyhodnocování dat

4.4.1 Faktor intenzity napětí

Během testu lomové houževnatosti je naměřen záznam síly na rozevření tělesa (viz Obr. 22). Do záznamu je následně vynesena 5% sečna odpovídající 5% pokles tuhosti tělesa. Podle typu záznamu je poté vybrána provizorní lomová síla F_Q , která je použita při výpočtu provizorní hodnoty lomové houževnatosti K_Q (viz rovnice 4.13) [50].



Obr. 22: Modely záznamů testovací síly na rozevření tělesa [50].

$$K_Q = \frac{F_Q}{B\sqrt{W}} f\left(\frac{a}{W}\right) \quad [\text{MPa}\sqrt{\text{m}}] \quad (4.13)$$

Kde F_Q je provizorní lomová síla, B je tloušťka zkušebního tělesa, W rozměr tělesa ve směru šíření trhliny a a je délka trhliny.

Provizorní hodnota lomové houževnatosti K_Q je prohlášena za platnou hodnotu K_{IC} v případě, že jsou splněny následující podmínky [50, 51]:

1. Maximální dosažená síla během testu může být pouze o 10 % větší než provizorní lomová síla F_Q .

$$F_{max} \leq 1,1F_Q \quad (4.14)$$

2. Plastická zóna před čelem trhliny musí být dostatečně malá vzhledem k velikosti zkušebního tělesa (max. 2% tloušťky tělesa), aby byla zajištěna platnost LELM.

$$B, a, (W - a) \geq 2,5 \cdot \left(\frac{K_Q}{R_e}\right)^2 \quad (4.15)$$

3. Během přípravy zkušebního tělesa nesmí faktor intenzity napětí cyklování dosáhnout takové hodnoty, aby ovlivnil následující test.

$$K_{cykl.} \leq 0,6K_Q \frac{R_e^{T_{cykl}}}{R_e^{T_{test}}} \quad (4.16)$$

4.4.2 J-integrál

Zkušební hodnotu J-integrálu J_Q vypočteme ze záznamu síla – rozevření tělesa součtem jeho elastické a plastické části.

$$J_Q = J_{el} + J_{pl} \left[\frac{MJ}{m^2}, \frac{MN}{m} \right] \quad (4.17)$$

Elastická část J-integrálu se určuje pomocí faktoru intenzity napětí K_i vypočítaného ze síly v okamžiku lomu tělesa, Youngova modulu E a poissonovy konstanty μ (viz rovnice 4.18) [43, 50].

Plastická část J-integrálu je počítána z plastické práce A_{pl} , tloušťky zkušebního tělesa B a velikosti ligamentu $(W - a)$. Plastická práce A_{pl} je určena plochou pod křivkou ze záznamu F-v a je vynásobena bezrozměrným součinitelem η_{pl} , který závisí na délce trhliny (viz rovnice 4.18) [50].

$$J_Q = J_{el} + J_{pl} = \frac{1 - \mu^2}{E} K_i^2 + \frac{\eta_{pl} A_{pl}}{B(W - a)} \quad (4.18)$$

Hodnotu J_Q lze prohlásit za platnou hodnotu lomové houževnatosti J při nestabilním porušení bez výrazného šíření trhliny v případě platnosti rovnic 4.19 a 4.20 nebo 4.21. Platné hodnoty J-integrálu rozlišujeme podle rovnic 4.20 a 4.21 na J_c (platná hodnota J-integrálu se štěpnou iniciací) a J_u (platná hodnota J-integrálu s tvárnou iniciací). V případě, že nárůst trhliny Δa před dolomením je podle rovnice 4.20 jedná se o hodnotu J_c , jinak se jedná o hodnotu J_u [50].

$$B, b_0 \geq \frac{10J_Q}{\sigma_y} \quad (4.19)$$

$$\Delta a < 0,2mm + \frac{J_Q}{M\sigma_y} \quad (4.20)$$

$$\Delta a \geq 0,2mm + \frac{J_Q}{M\sigma_y} \quad (4.21)$$

Hodnoty J-integrálu lze v oblasti elastického chování trhliny podle vztahu 4.22 přepočíst na hodnoty faktoru intenzity napětí K_{IC} [50].

$$K_{IC} = \sqrt{\frac{EJ_c}{1 - \nu^2}} \quad (4.22)$$

4.4.3 R – křivka

R křivka charakterizuje závislost J-integrálu (J-R křivka) nebo CTOD (δ -R křivka) na velikosti přírůstku tvárné trhliny Δa . Křivka je konstruována z několika experimentálně naměřených hodnot J-integrálu nebo CTOD při různých velikostech délky tvárné trhliny. Existují dvě základní metody určení průběhu J–R (δ -R) křivky. A to metoda více zkušebních těles a metoda jednoho tělesa [43, 51].

Během metody více zkušebních těles jsou zkušební tělesa se stejnou počáteční délkou trhliny zatížena různou měrou zatížení tak, aby bylo dosaženo různých délek tvárného natržení. Podle [50] musí být R křivka sestrojena z minimálně 6 bodů. Tato metoda je tedy náročná na množství zkušebního materiálu, ale její provedení je experimentálně jednodušší oproti metodě jednoho tělesa [43].

Metoda jednoho tělesa, či tzv. odlehčovací metoda, je provedena na jednom zkušebním tělese, které je zatíženo do oblasti tvárného šíření trhliny. Během šíření trhliny je těleso střídavě odlehčováno a opět zatěžováno při postupném přírůstku zatížení. Růst trhliny ovlivňuje geometrii tělesa, čímž se mění poddajnost tělesa c . Její převrácená hodnota $\frac{1}{c}$ je pak směrnici každého odlehčovacího cyklu (viz Obr. 23). Z tohoto vztahu jsme schopni zpětně určit hodnotu Δa při každém odlehčovacím cyklu [43].

Při konstrukci J-R křivky je nejprve nutné omezit maximální hodnoty J-integrálu (J_{max}) a přírůstku trhliny (Δa_{max}) podle rovnic 4.23-4.25.

$$J_{max} = \frac{b_0 \sigma_y}{10} \quad (4.23)$$

$$J_{max} = \frac{B \sigma_y}{10} \quad (4.24)$$

$$\Delta a_{max} = 0,25b_0 \quad (4.25)$$

Hodnoty přesahující tyto maxima se vyloučí z konstrukce R-křivky. Poté se vykreslí tzv. čára otupení podle rovnice 4.26.

$$J = M \sigma_y \Delta a \quad (4.26)$$

kde $M = 2$ a odpovídá sklonu R-křivky při otupování trhliny. Hodnota M může být také určeno ze sklonu R-křivky v průběhu otupování, ale vždy musí platit $M \geq 2$.

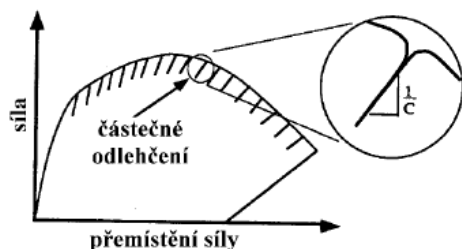
Křivka otupení se využívá pro vymezení oblasti dat pro výpočet provizorní hodnoty J-integrálu J_Q pomocí konstrukčních čar rovnoběžných s čárou otupení v hodnotách $\Delta a = 0,15; 0,2; 0,5; 1,5 \text{ mm}$. Získané hodnoty se dále proloží regresní funkcí podle rovnice 4.30, kde $k = 1 \text{ mm}$.

$$\ln J = \ln C_1 + C_2 \ln \left(\frac{\Delta a}{k} \right) \quad (4.30)$$

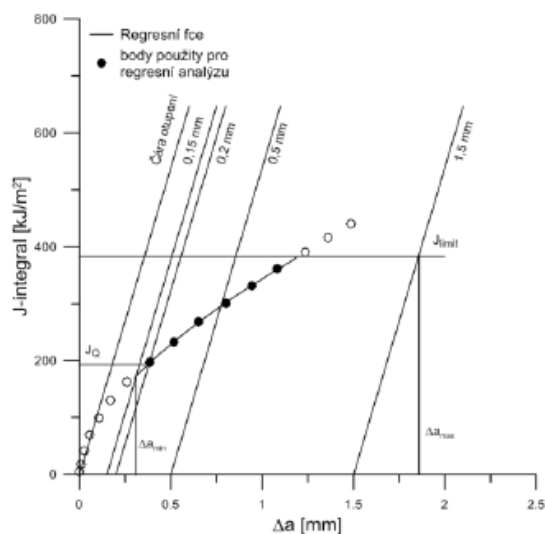
Rovnoběžky v bodech $\Delta a = 0,15 \text{ mm}$ a $\Delta a = 1,5 \text{ mm}$ omezují minimální a maximální délku trhliny. Limitní hodnota J-integrálu je stanovena rovnicí 4.31.

$$J_{lim} = \frac{b_0 \sigma_{YS}}{7,5} \quad (4.31)$$

Na Obr. 24 jsou takto vymezené body zobrazeny plně a jsou proloženy regresní funkcí. Hodnota J_Q se stanoví jako průsečík konstrukční čáry v $\Delta a = 0,2 \text{ mm}$ a regresní funkce.



Obr. 23: Uurčení poddajnosti tělesa [44].



Obr. 24: Konstrukce J-R křivky [46].

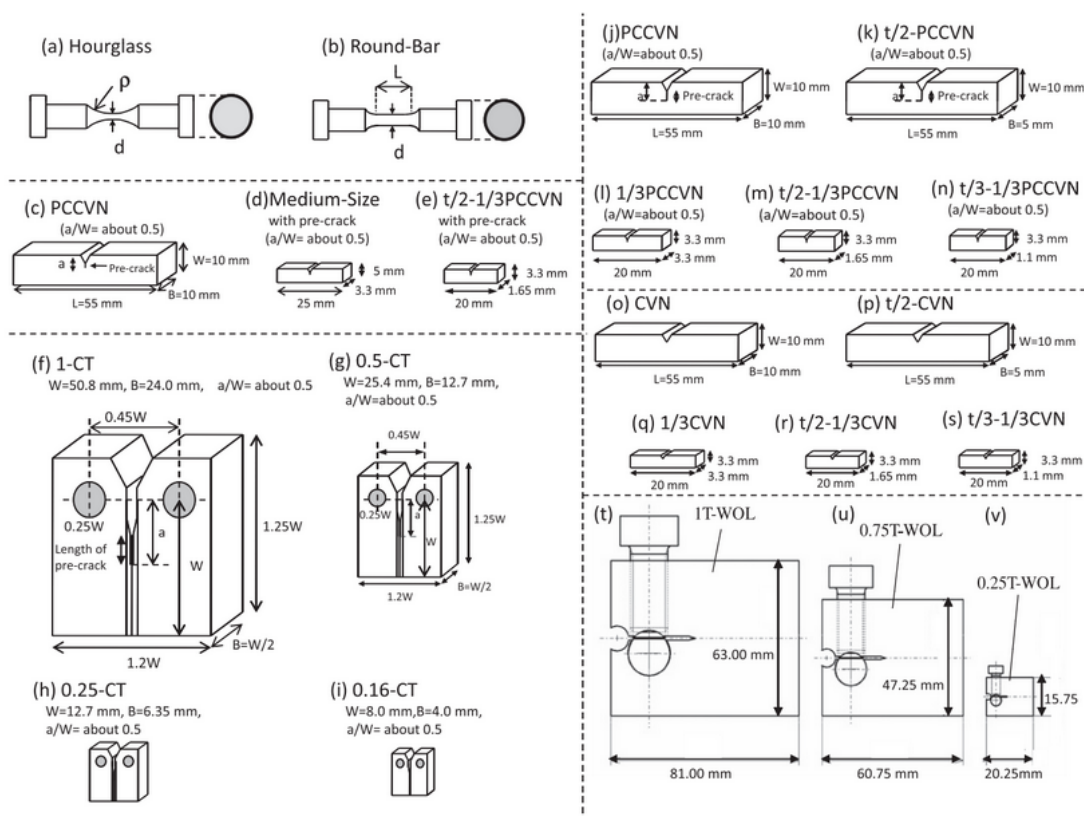
Při splnění podmínek (rovnice 4.29) podle dané normou ASTM E 1820 můžeme hodnotu J_Q prohlásit za platnou hodnotu J_{IC} [43, 50].

$$B, b_0 > \frac{10J_Q}{\sigma_y} ; \left(\frac{dJ}{da} \right)_{\Delta a_Q} < \sigma_{YS} \quad (4.29)$$

4.5 Vliv velikosti zkušebních těles na lomovou houževnatost

Miniaturní lomově-mechanická tělesa jsou používána pro charakterizaci lomových vlastností materiálu v případě jeho omezeného množství, např. komponenty v provozu, výzkum a vývoj materiálu pracující s laboratorním množstvím materiálu, atd. Rozvoj a aplikace miniaturních zkušebních těles je v posledních dekádách spojen zejména s vývojem materiálů pro fúzní nebo nové generace štěpných jaderných reaktorů, které vyžadují hodnocení mechanických vlastností z malého množství experimentálního materiálu viz Obr. 25 [52]. Tato tělesa z hlediska hodnot měřených veličin často nesplňují velikostní požadavky pro určení platných hodnot lomové houževnatosti. Interpretace výsledků získaných z těchto těles je náročná a často se neshoduje s výsledky těles standardní (normované, předepsané) velikosti. Odlišnost výsledků miniaturních těles je především důsledkem ztráty trojosého stavu napětí na čele trhliny (tzv. constraint). Dále jsou miniaturní tělesa citlivější na vlastnosti zkoušeného materiálu v makroměřítku (umístění tělesa vzhledem k polotovaru, směr válcování materiálu a další). Vzhledem k menšímu objemu plastické zóny u miniaturních těles také dochází k umocnění vlivu strukturních útvarů jako jsou: vměstky, sekundární fáze a hrubé částice. Proto je u miniaturních těles nezbytná fraktografická analýza na posouzení vlivu struktury materiálu na jeho lomové chování. Stanovení mechanických vlastností pomocí těles malé velikosti je zatíženo větší chybou měření a tedy i rozptylem hodnot. To plyne z menších rozměrů tělesa, které navyšují nároky na přesnost rozměrů tělesa při výrobě a na realizaci vlastních měření. V případech, kdy není na těleso kvůli jeho malým rozměrům možné umístit snímač, je doporučováno provádět korekci na poddajnost zkušebního stroje

[48, 53].



Obr. 25: Tvar a velikost miniaturních těles – a-b) na únavové testy, c-e) SENB tělesa, f-i) CT tělesa, j-n) Charpy tělesa s trhlinou, o-s) Charpy tělesa bez trhliny, t-v) tělesa na měření rychlosti šíření trhliny [52].

Pomocí vhodné metodiky měření je ovšem možné dosáhnout platných hodnot lomové houževnatosti. To především znamená zachování malých plastických deformací na čele trhliny vzhledem k velikosti tělesa. Velikost plastické zóny na čele trhliny lze ovlivnit hned několika faktory v průběhu testování, např. nízkou teplotou nebo vyšší rychlostí zatěžování. Nezanedbatelný vliv na velikost plastické zóny má i geometrie zkušebního tělesa, která přispívá k udržení malé plastické deformace na čele trhliny. Nejvhodnější typy geometrií miniaturních zkušebních těles jsou odvozeny od standardně navržených ohybových těles (3PB) a CT těles. Další způsob, jak geometrie tělesa může ovlivnit měření, jsou boční vruby, které pomáhají udržet constraint na čele trhliny [48, 53].

Velikost zkušebního tělesa má vliv i na další vlastnosti materiálu. Se zmenšující se velikostí zkušebního tělesa se snižuje i tranzitní teplota materiálu a dochází ke strmějšímu přechodu mezi dolní a horní prahovou hodnotou houževnatosti. Lomová houževnatost je na dolní prahové hodnotě definována lineárním elastickým parametrem K_{IC} . Ten je při splnění podmínek platnosti podle ASTM E 1820 [50] na velikosti prakticky nezávislý. V tranzitní oblasti je naopak vliv velikosti zkušebního tělesa na lomové chování významný. Lze ho rozdělit na statistický vliv velikosti a vliv ztráty constraintu. Statistický vliv velikosti je způsoben zatížením menšího objemu materiálu u miniaturních těles než u těles větších rozměrů, což závisí hlavně na tloušťce tělesa B_0 . Dochází tak ke snížení pravděpodobnosti zachycení iniciace štěpného porušení

a naměřené hodnoty lomové houževnatosti jsou poté vyšší. Navíc jsou miniaturní tělesa náchylnější ke ztrátě constraintu na čele trhliny. To způsobí snížení úrovně tahového napětí na čele trhliny a tím se zvýší houževnatost zkušebního tělesa. Další projev ztráty constraintu ve zkušebním tělese je zvětšení plastické zóny na čele trhliny, což způsobí větší rozptyl naměřených dat. Na horní prahové hodnotě je dokázána závislost R-křivky na velikosti a tvaru zkušebních těles, ale zjištěné trendy jsou často protichůdné. Největší vliv na naměřené hodnoty mají poměr rozměrů průřezu tělesa (b_0/B) a napětově-deformační vlastnosti materiálu určující rozsah plastické deformace a relaxace napětí na čele trhliny. Obecně v horní prahové oblasti platí, že se zvyšující houževnatostí materiálu se i zvyšuje vliv velikosti a tvaru zkušebního tělesa na naměřenou R-křivku [48, 54].

Co se týče vlivu velikosti tělesa na J-R křivku bylo zjištěno, že se snižující se tloušťkou tělesa roste hodnota J-integrálu. Je to důsledkem převládání podmínek rovinné napjatosti a tím roste plastická zóna na čele trhliny. U Miniaturních CT těles se zachovaným poměrem výšky, šířky a tloušťky ($1/2CT$, $1/4CT$) však dochází se zmenšením rozměrů tělesa ke snížení hodnoty J-integrálu. To může být způsobeno zvyšujícím se podílem plastické zóny na čele trhliny oproti rozměrům tělesa. U standartního CT tělesa zabírá plastická zóna přibližně 7 % z délky ligamentu, zatímco u $1/4CT$ je to 30 %. Velikost ligamentu je pak tak malá, že dochází k nestabilitě, která vede ke snížení hodnoty J-integrálu [55].

5 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

5.1 Experimentální materiál

V rámci této diplomové práce byly testovány mechanické vlastnosti dvou materiálů a to oxidy disperzně zpevněné slitiny FeAlO a vysoce-entropické slitiny CrMnFeCoNi tzv. Cantorovy slitiny. Obě slitiny vykazují nízkou lomovou houževnatost při pokojové teplotě a byly vyrobeny metodami práškové metalurgie.

Cantorova slitina byla připravena pomocí práškové metalurgie. Slitina byla vyrobena z čistých elementárních prášků. Složení směsi a vlastnosti jednotlivých prášků jsou uvedeny v Tab. A1. Směs prášků byla mechanicky legována v planetovém mlýnu Pulverisette, P-6, Fritsch. Mlecí nádoba byla vyrobena ze zakalené nástrojové oceli třídy 19 452 a byly použity mlecí elementy z oceli třídy 14 109 o průměru 25,4 mm. Hmotnostní poměr koulí a prášku byl 14:1. Mechanické legování probíhalo v technickém vakuu po dobu 24 hodin. První 3 hodiny byly otáčky nádoby nižší (250 ot./min), poté byly otáčky navýšeny na 350 ot./min. Zpracovaná směs prášku byla konsolidována metodou SPS při teplotě 1150 °C a tlaku 50 MPa po dobu 5 minut. Výsledkem konsolidace byly disky s průměrem 30 mm a výškou 7-8 mm, ze kterých byly dále vyřezány zkušební tělesa.

Prvek	Čistota	Velikost částic	Hmotnost
	[%]	[μm]	[g]
Co	99,9	<150	18,54
Cr	>99	45	19,59
Fe	>99	<200	16,72
Mn	>99	45	21,02
Ni	99,7	<50	20,93

Tab. A1: Vlastnosti vstupních prášků při výrobě Cantorovy slitiny.

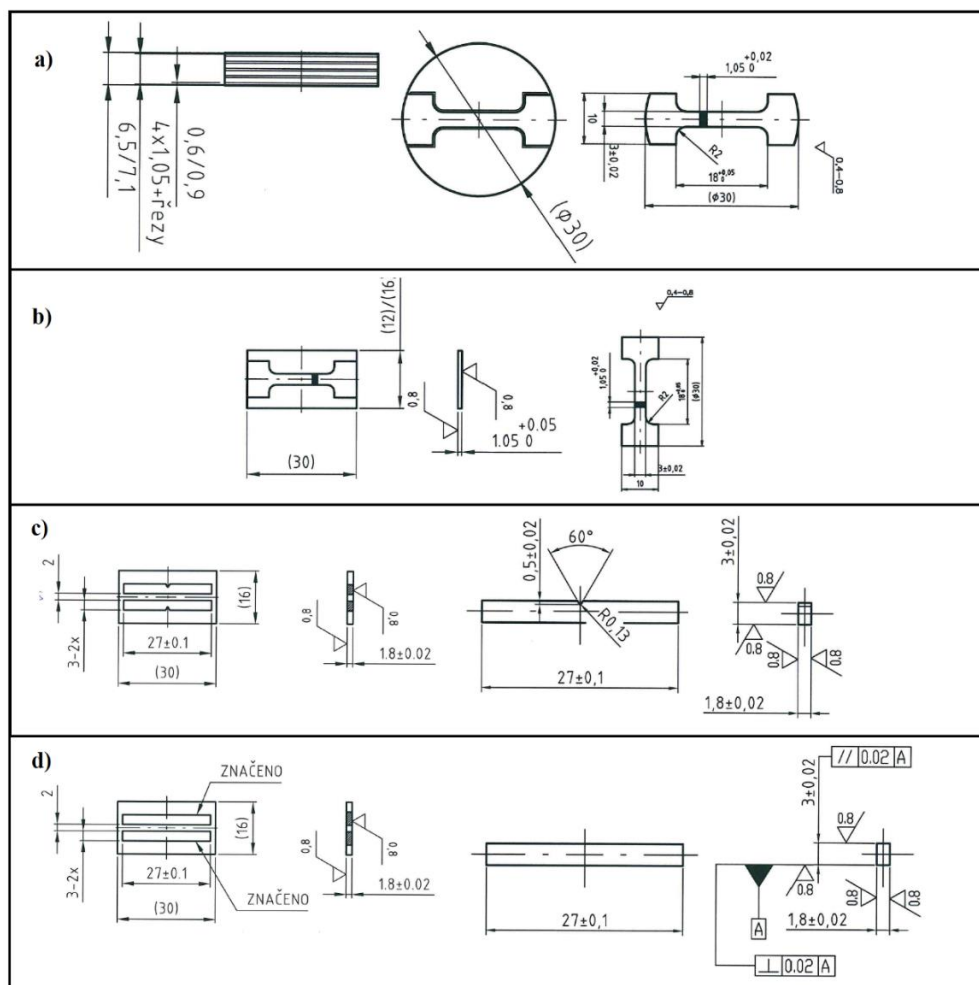
Slitina FeAlO je koncepčně navržena s 10 hm. % hliníku a přibližně 1 hm. % kyslíku přítomného především v částicích oxidu hliníku Al_2O_3 . Prášek byl připraven mechanickým legováním z čistých prášků jednotlivých prvků v kulovém mlýně. Doba mletí byla 24-48 hodin ve vakuu bez média. Konsolidace byla provedena válcováním zatepla při teplotě 900 °C. Za účelem uzavření prášku do pevné formy a pro omezení oxidace za vysoké teploty byl mechanicky legovaný prášek uzavřen v trubičce z nízkouhlíkové svařitelné oceli o vnějším průměru 20 mm a tloušťce stěny 1 mm. Slitina byla vyválcována do pásků s tloušťkou 2,7 mm a šířkou 16 mm. Pásky byly následně tepelně zpracovány žiháním ve vakuu za podmínek 1100 °C/3 hod za účelem rekrytalizace a zhrubnutí zrna po válcování.

5.2 Metodiky experimentu

5.2.1 Řezný plán

Z puků o průměru 30 mm ze slitiny CrMnFeCoNi konsolidovaných metodou SPS byly nejprve odřezány okrajové části podstavy válce, které byly kontaminovány uhlíkem z grafitové zápustky. Poté byl střed puků rozřezán na čtyři 1,05 mm plátky. Z plátek bylo následně vyřezáno pomocí drátkové řezačky jedno tahové těleso a dvě tělesa na lomovou houževnatost (viz Obr. A1).

Z válcovaných pásků slitiny FeAlO byla vyřezána zkušební tělesa s rozměry podle Obr. A1. Všechna tělesa byla umístěna na střed polotovaru. Tělesa byla podélně orientována ve směru válcování polotovaru.



Obr. A1: Řezný plán zkušebních těles, a) Tahová tělesa a LH tělesa slitiny CrMnFeCoNi, b) tahová tělesa slitiny FeAlO, c) Charpy tělesa slitiny FeAlO, d) LH tělesa slitiny FeAlO.

5.2.2 Cyklování těles pro zkoušku lomové houževnatosti

Před měřením lomové houževnatosti zkušebních těles na univerzálních zkušebních strojích je potřeba opatřit tělesa trhlinou. Trhlina je ve zkušebním tělese vytvořena cyklickým zatěžováním. Pro platné výsledky testu lomové houževnatosti je důležité nepřekročit během cyklování maximální zatížení podle podmínek normy ASTM E 1820 [50]. Kvůli nedostatku zkušebního materiálu byla pro experimenty použita miniaturní zkušební tělesa s velmi malým rozměrem průřezu, Obr. A1, což znamenalo nutnost použití zatěžovacího stroje schopného přesného řízení zatížení při velmi malých silách. Cyklování zkušebních těles pro tříbodový ohyb probíhalo na zkušebním stroji Tytron 250 (MTS). Tento zkušební systém je navržený speciálně pro zkoušení malých vzorků při nízkých zatíženích (0,001 až 250 N) a umožňuje přesné řízení statických a dynamických zkoušek. Stroj dosahuje rychlost pohybu příčnicku až do 0,5 m/s, což při vhodné velikosti tělesa umožňuje cyklování při frekvenci až do 50 Hz. Tělesa byla cyklována za pokojové teploty. Během cyklování zkušebních těles bylo zjištěno, že je nutné snížit původně navrženou frekvenci cyklování z 50 Hz na 20 Hz (slitina CrMnFeCoNi) a 15 Hz (slitina FeAlO). Při vyšších rychlostech zatěžování docházelo u těles k nestabilnímu porušení, kdy s ohledem na nízkou houževnatost slitin a velké rychlosti zatěžování nebylo možné dostatečně přesně řídit proces cyklování a docházelo k lomu tělesa. Snížení rychlosti zatěžování umožnilo lepší kontrolu vlastního procesu cyklování. Původně zvolená frekvence cyklování 50 Hz byla převzata na základě zkušeností s cyklováním těles materiálů s relativně vysokou houževnatostí ($> 100 \text{ MPa.m}^{0,5}$) bez nutnosti přesného řízení procesu cyklování.

Malé rozměry zkušebního tělesa zvyšovaly nároky i na rozměrovou a geometrickou přesnost výroby těles. Všechna tělesa byla nejdříve vyřezána elektrojiskrově. Vrub byl buď také vyřezán elektrojiskrově nebo na metalografické pile s diamantovým kotoučem tloušťky 0,15 mm. Šířka polotovaru byla záměrně zvolena vyšší než konečná zkušební tělesa a byla ještě dobroušena na přesný rozměr za pomoci přesných podložek na metalografické brusce. Následně pak byla tělesa broušena postupně papíry o zrnitosti P1200 a P2500 a nakonec vyleštěna 1 μm pastou do kovového lesku pro jednodušší pozorování růstu cyklované trhliny.

Za pomoci zkoušky rázem v ohybu bylo zjištěno, že zkušební materiál FeAlO je při pokojové teplotě úrovní houževnatosti v dolní prahové oblasti a vykazuje tedy křehké chování. V průběhu celého procesu cyklování tedy bylo nutné udržovat zatížení tělesa v úzkém rozmezí maximálního faktoru intenzity napětí K_{cycl} , což spočívalo v přesném měření aktuální délky trhliny z povrchu těles a v manuálním řízení silového zatížení. Při příliš velkém zatížení totiž docházelo k porušení tělesa, nebo rozdělení magistrální trhliny do více sekundárních. Na druhou stranu, kvůli nízké frekvenci cyklování (15 Hz) bylo nutné materiál zatěžovat z časových důvodů s dostatečnou úrovní zatážením. Během cyklování byla opticky měřena délka trhliny z jedné strany tělesa pomocí fotoaparátu Nikon a pomocného měřítka. Z aktuální délky trhliny a maximální síly zatížení pak byl zjišťován maximální faktor intenzity napětí při cyklování K_{cycl} . Trhlina v tělese velmi často rostla nerovnoměrně a bylo tedy nutné těleso během cyklování 2-3 vyjmout a přeměřit růst trhliny na opačné straně pomocí stereomikroskopu a upravit podle toho zatížení. Iniciace trhliny na těchto miniaturních vzorcích byla ztížena velkým vrubovým účinkem počátečního vrubu. To způsobovalo tvorbu zplastizované oblasti u kořene vrubu, která prodlužovala iniciaci trhliny. Při iniciaci trhliny tedy bylo kvůli urychlení zvoleno

vyšší zatížení zkušebního vzorku. Výsledný zatěžovací cyklus pro vzorky FeAlO po aplikování všech poznatků je popsán v Tab. A2.

Druhá sada zkušebních těles vyrobených z Cantorovy slitiny byla cyklována v horní prahové oblasti a vykazovala daleko tvárnější chování i přes svou relativně nízkou úroveň houževnatosti ve srovnání s HEAs připravenými z taveniny. Díky tomu byl růst trhliny plynulejší a cyklované těleso méně citlivé na zatěžovací sílu. Tělesa mohla být cyklována při vyšší frekvenci $f = 20$ Hz. Postup cyklování byl podobný jako u FeAlO vzorků. Délka trhliny byla opticky měřena a v závislosti na její délce bylo upravováno zatížení tak, aby byla v tělesa kontinuálně udržena vhodná hodnota K_{cycl} , Tab. A2. Oproti FeAlO vzorkům rostla trhlina souměrněji a nebylo tedy nutno tělesa tak často měřit pomocí stereomikroskopu.

Slitina	Zatížení při iniciaci trhliny	Zatížení při stabilním růstu trhliny	Zatížení při finální délce trhliny
	$[MPa \cdot m^{0,5}]$	$[MPa \cdot m^{0,5}]$	$[MPa \cdot m^{0,5}]$
FeAlO	15	13	10
CrMnFeCoNi	14	12	9

Tab. A2: Zatížení v průběhu cyklování těles.

5.2.3 Tahové zkoušky

Tahové zkoušky byly v této práci provedeny dle norem ČSN EN ISO 6892-1; ČSN EN ISO 6892-2; ČSN EN ISO 6892-3. Měření byla provedena na univerzálním zkušebním stroji Zwick/Roell Z50 s rozsahem sil 50 kN. Na tahovou zkoušku byla použita plochá tělesa s průřezem 3x1 mm (viz Obr. A1). Při zkouškách byla zaznamenávána závislost síla-prodloužení. Prodloužení těles bylo měřeno pomocí extenzometru Maytec s keramickými ramínky a měrnou délkou nastavenou na 9 mm (slitina FeAlO) nebo pomocí odnímatelného extenzometru Epsilon s měrnou délkou 6 mm (CrMnFeCoNi). Rychlost posuvu příčnicku během zkoušek byla v případě slitiny FeAlO 0,1 mm/min a v případě CrMnFeCoNi 0,1, 1, a 10 mm/min. Testy slitiny FeAlO za zvýšených teplot byly provedeny v rozevírací peci Maytec s pracovní teplotou do 1200 °C.

5.2.4 Zkoušky rázem v ohybu

Instrumentované zkoušky rázem v ohybu byly provedeny dle normy E23. Byla použita miniaturní tělesa 1,5x3x24 mm s V-vrubem s vrcholovým úhlem 60 % a poloměrem vrubu R0,13 mm. Zkouška byla uskutečněna pouze na slitině FeAlO. Zkoušky byly realizovány na kladivu Zwick/Roell 5113 s beranem o nominální energii 7,5 J odpovídající při délce ramene 390 mm počáteční rychlosti průchodu mezi podporami kladiva 3,8 m/s. Span podpor byl nastaven na 22 mm. Při zkouškách za teplot do 200 °C byly vzorky temperovány na danou teplotu s využitím olejové lázně. Na vyšší teploty do 300 °C byly vzorky ohřívány na topném hnízdě, přičemž byla teplota tělesa monitorována pomocí připojeného termočlánku. Po dosažení času výdrže na teplotě 5 min byly vzorky ihned testovány bezprostřední vložení na podpory kladiva s následným uvolněním beranu z jeho počáteční polohy

5.2.5 Zkoušky lomové houževnatosti

Lomová houževnatost byla měřena na univerzálním zkušebním stroji INSTRON 8862 s elektromechanickým pohonem. Byly realizovány zkoušky lomové houževnatosti v přípravku s roztečí podpor 13 mm (CrMnFeCoNi) a 16 mm (FeAlO). Při měření byl použit 5 kN dynamometr. Testy byly realizovány pohybem příčnicku při rychlosti 0,02, 0,2 a 2 mm/min (CrMnFeCoNi) a 0,02 mm/min (FeAlO). Testy slitiny FeAlO za zvýšených teplot byly realizovány za použití teplotní komory pracující v rozsahu teplot od -70 do + 250 ° C.

5.2.6 Příprava a pozorování mikrostruktury

Vzorky pro metalografickou analýzu a pozorování v SEM byly zalisovány do vodivé uhlíkové hmoty v automatickém metalografickém lisu Opal 410. Vzorky slitin byly broušeny standardními metalografickými postupy na papírech do zrnitosti P2500 a poté leštěny na 3 a 1 μ m diamantové pastě. Mikrostruktura slitin byla vyvolána mechanicko-chemickým leštěním pomocí suspenze OP-S (Struers) po dobu 10 min.

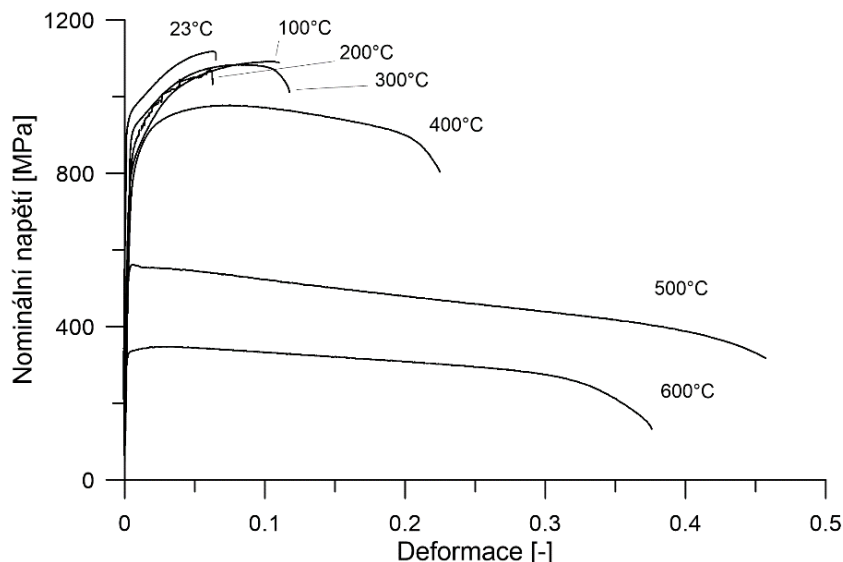
Mikrostruktura byla analyzována pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu LYRA 3 XMH FEG/SEM (TESCAN). Analýza chemického složení slitin, lokálního chemického složení nebo částic byla provedena pomocí EDS detektoru pro rentgenovou mikroanalýzu X-Max80 fy Oxford Instruments s řídicím systémem Aztec při napětí 20 kV a pracovní vzdálenosti 9 mm.

5.3 Výsledky experimentů

5.3.1 Slitina FeAlO

Výsledky tahových zkoušek

Tahové křivky slitiny FeAlO získané v rozmezí teplot 23-600 °C jsou na Obr. A2.



Obr. A2: Tahové křivky slitiny FeAlO.

Charakteristiky získané vyhodnocením tahových zkoušek jsou uvedené v Tab. A3. Vlivem teploty dochází k pozvolnému snižování pevnostních vlastností a to až do 400 °C. Při 500 °C je pokles velmi znatelný a při dalším zvyšování teploty na 600 °C pevnost dále výrazně klesá. Deformační vlastnosti slitiny stoupají až do teploty 500 °C, kdy je opět zřejmé skokové navýšení nad teplotou 400 °C. Při nižších teplotách do 300 °C vykazovala tělesa poměrně široký rozptyl deformačních vlastností. Nejvyšší tažnost byla u slitiny pozorována při 500 °C a to 45 %.

Těleso	T	$R_{p0,2}$	R_m	E	A	Z	$R_m/R_{p0,2}$
	[°C]	[MPa]	[MPa]	[GPa]	[%]	[%]	-
1	23	940	1118	193	6,5	21	1,19
2	100	913	1083	188	11,7	25,4	1,19
3	200	855	1074	187	6,3	21,3	1,26
4	300	833	1091	184	11,0	16,3	1,32
5	400	792	977	180	22,5	40,9	1,23
6	500	559	562	179	45,7	77,6	1,00
7	600	333	348	173	37,6	77,9	1,05

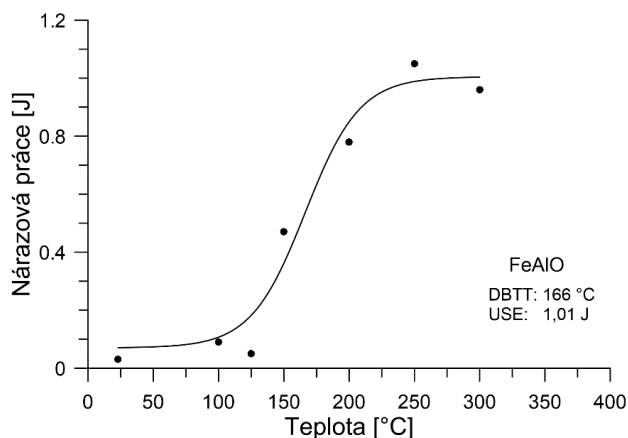
Tab. A3: Výsledky tahových zkoušek.

Výsledky zkoušky rázem v ohybu

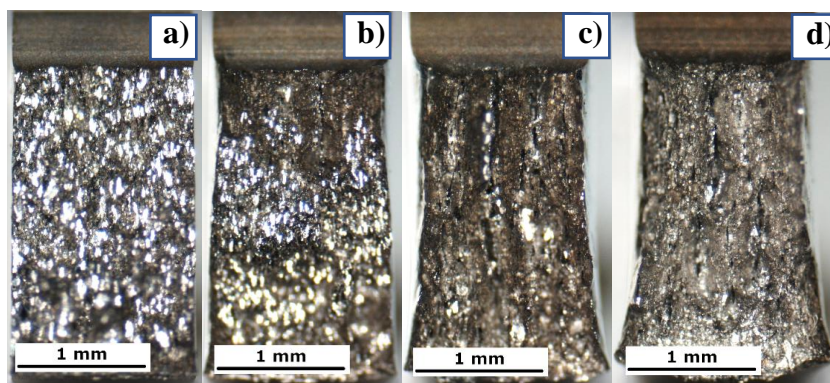
Cílem zkoušky rázem v ohybu prováděné na slitině FeAlO bylo zjištění polohy transitzní oblasti této slitiny. V Tab. A4 jsou uvedeny rozměry zkušebních těles a naměřené hodnoty nárazové práce pro dané teploty. Na Obr. A3 je průběh tranzitní křivky slitiny FeAlO. Tranzitní přechod slitiny od křehkého k houževnatému lomu probíhá v pásu teplot 100-250 °C. Přechodová teplota DBTT (Ductile to Brittle Transition) t_{DBTT} lomu byla určena 166°C. Makroskopická analýza lomových ploch zkušebních těles potvrdila výsledky zjištěné z nárazové práce KV. Na Obr. A4 lze vidět, že mezi teplotami 100-250 °C se mechanismus lomu těles změnil z plně štěpného na plně tvárný.

Těleso	T	Nárazová práce KV	Tloušťka tělesa t	Šířka tělesa W
	[°C]	[J]	[mm]	[mm]
no. 1	23	0,03	1,504	3,010
no. 11	100	0,09	1,501	3,006
no. 16	125	0,05	1,501	3,005
no. 13	150	0,47	1,503	3,008
no. 12	200	0,78	1,500	3,008
no. 15	250	1,05	1,501	3,008
no.14	300	0,96	1,501	3,008

Tab. A4: Výsledky zkoušky rázem v ohybu a rozměry použitých těles.



Obr. A3: Tranzitní křivka slitiny FeAlO.



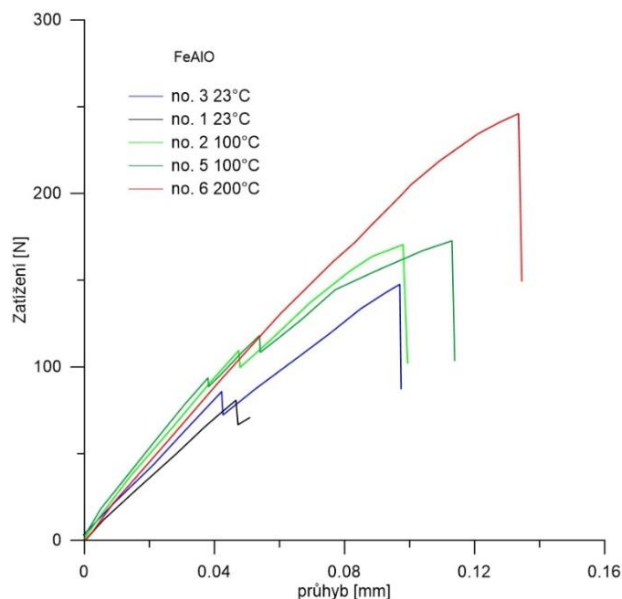
Obr. A4: Vzhled lomových ploch zkušebních Charpy těles:
a) 100 °C, b) 150 °C, c) 200 °C, d) 300 °C

Výsledky zkoušek lomové houževnatosti

Lomová houževnatost slitiny FeAlO byla měřena metodou jednoho tělesa podle kapitoly 4.4.3 a normy ASTM E 1820. Na Obr. A5 jsou záznamy průhybu tělesa v závislosti na aplikované síle. Tělesa byla měřena v rozsahu teplot 23-200 °C. Určené hodnoty faktoru intenzity napětí a J-integrálu spolu s ověřením jejich platnosti jsou uvedeny v Tab. A5.

Těleso	T	B	W	a_0	Δa	K_Q	$K_Q = K_{IC}$	J_c	K_{Jc}
	[°C]	[mm]	[mm]	[mm]	[mm]	[MPa · m ^{0,5}]	-	[kJ/m ²]	[MPa · m ^{0,5}]
no. 1	23	1,472	3,050	1,679	0	16,4	ano	2,0	20,5
no. 3	23	1,449	3,070	1,572	0	26,7	ne	5,6	34,3
no. 2	100	1,510	3,017	1,554	0	31,3	ne	7,6	39,9
no. 5	100	1,503	3,040	1,531	0	29,6	ne	9,1	43,6
no. 6	200	1,500	3,059	1,570	0	43,1	ne	12,6	51,3

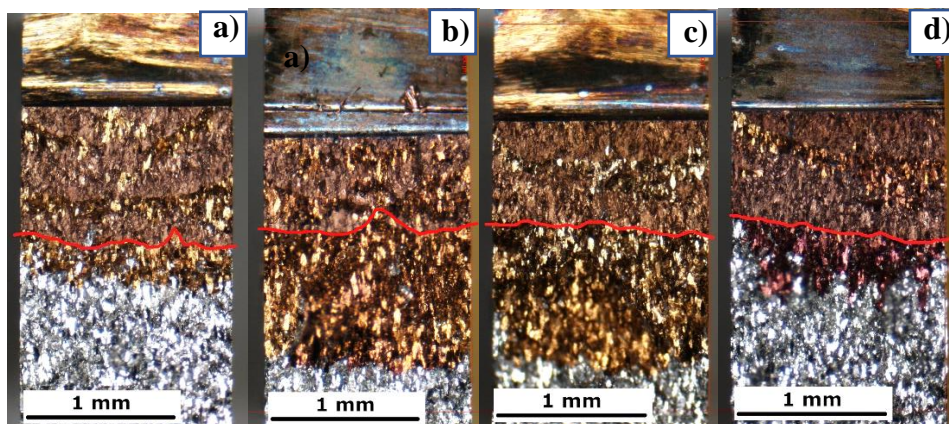
Tab. A5: Základní rozměry těles a určené hodnoty lomové houževnatosti.



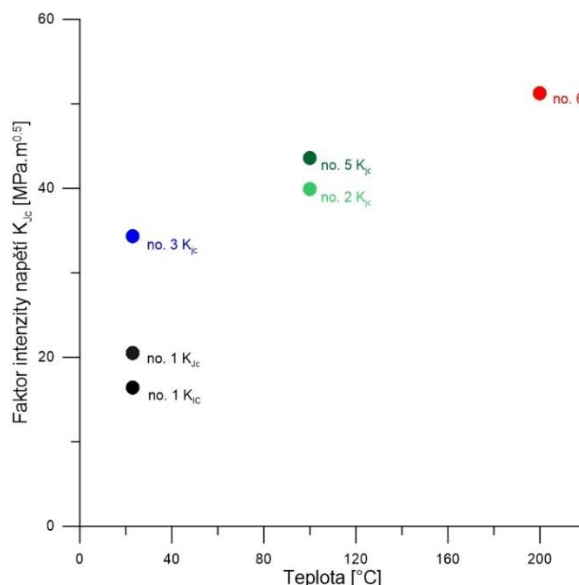
Obr. A5: Záznamy zkoušek lomové houževnatosti.

V průběhu zatěžování docházelo u těles do teploty 100 °C včetně k lokálním plastickým nestabilitám během růstu trhliny, což zapříčinilo v záznamu náhlé poklesy zatížení tzv. „Pop-in“. Kvůli těmto nestabilitám nelze tělesa *no. 3, 2* a *5* vyhodnotit podle LELM, protože nevyhovují podmínce 4.14. Jedině u tělesa *no. 1* lze provizorní hodnotu K_Q prohlásit za platnou hodnotu K_{Ic} . Ostatní tělesa bylo tedy nutné vyhodnotit pomocí přístupu EPLM. Všechny provizorní hodnoty J -integrálu J_Q lze podle přístupu EPLM prohlásit za platné hodnoty J_c , což znamená že na čele trhliny byly během zkoušek podmínky RD a stav malých plastických deformací. Všechny hodnoty J -integrálu byly následně přepočítány na K_{Ic} z důvodu jejich vzájemného srovnání.

Vzhled lomových ploch těles pro různé teploty je na Obr. A6. Všechna tělesa měla velmi podobnou délku počáteční trhliny a_0 . Na Obr. A6 jsou čela trhlin a_0 zvýrazněna červenou křivkou. Během zatěžování těles došlo k jejich lomu prostřednictvím náhlého křehkého lomu, což potvrzuje strmý pokles síly v záznamu (viz Obr. A5). Před dolomením byla tělesa obarvena oxidací ohřevem na zvýšenou teplotu pro lepší rozlišení trhliny v nedolomeném průřezu tělesa.



Obr. A6: Vzhled lomových ploch těles (červeně vyznačeno čelo trhliny a_0):
a) 23 °C, b) 23 °C, c) 100 °C, d) 200 °C

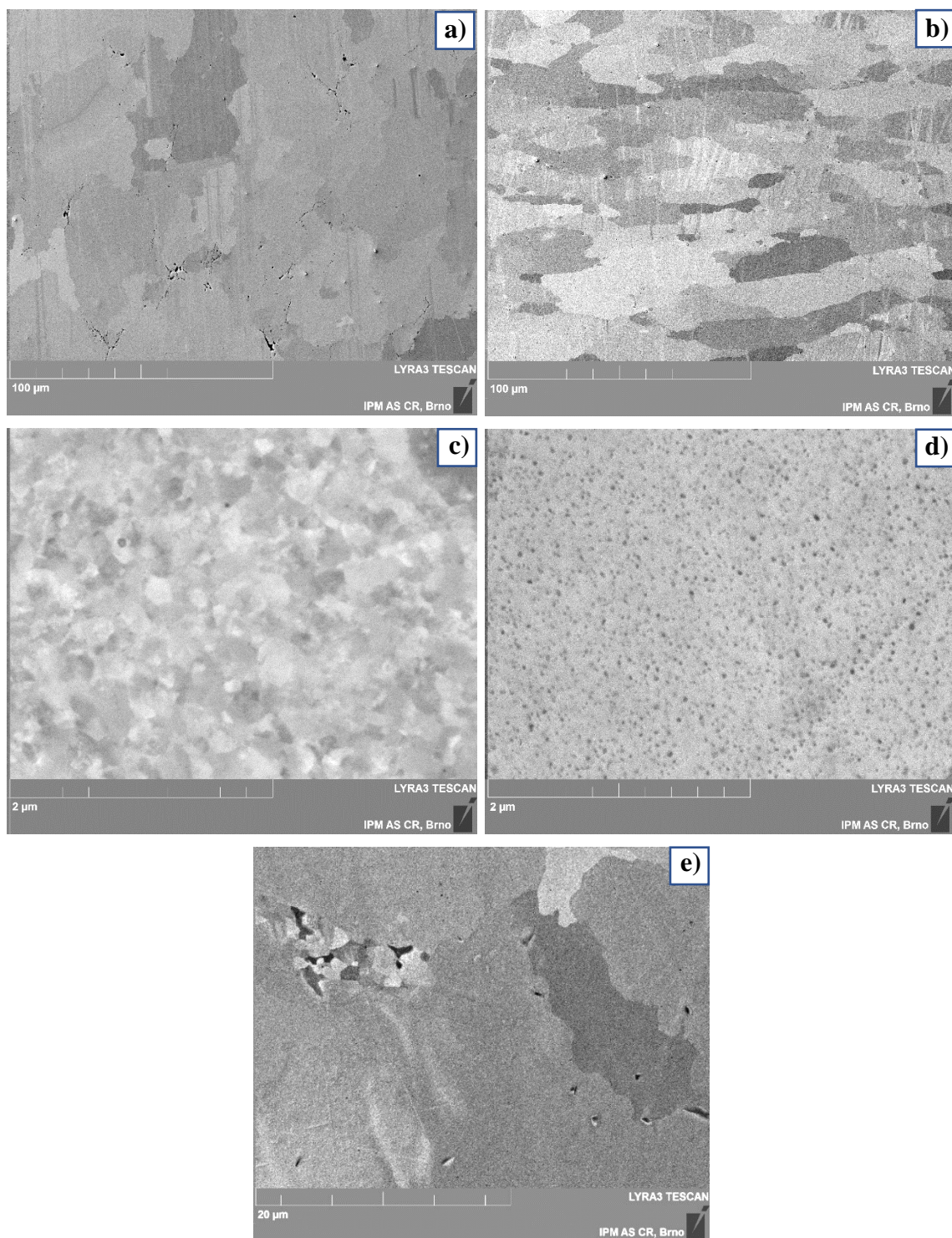


Obr. A7: Závislost K_{Jc} na teplotě.

Na Obr. A7 je závislost určených hodnot faktoru intenzity napětí K_{Jc} na teplotě. Z grafu lze vidět, že se zvyšující se teplotou se zvyšuje i faktor intenzity napětí K_{Jc} a roste plastické chování slitiny. To souhlasí s výsledky zkoušky rázem v ohybu, při které bylo zjištěno, že se slitina v tomto rozmezí teplot vyskytuje v dolní prahové a transiční oblasti.

Metalografická analýza mikrostruktury

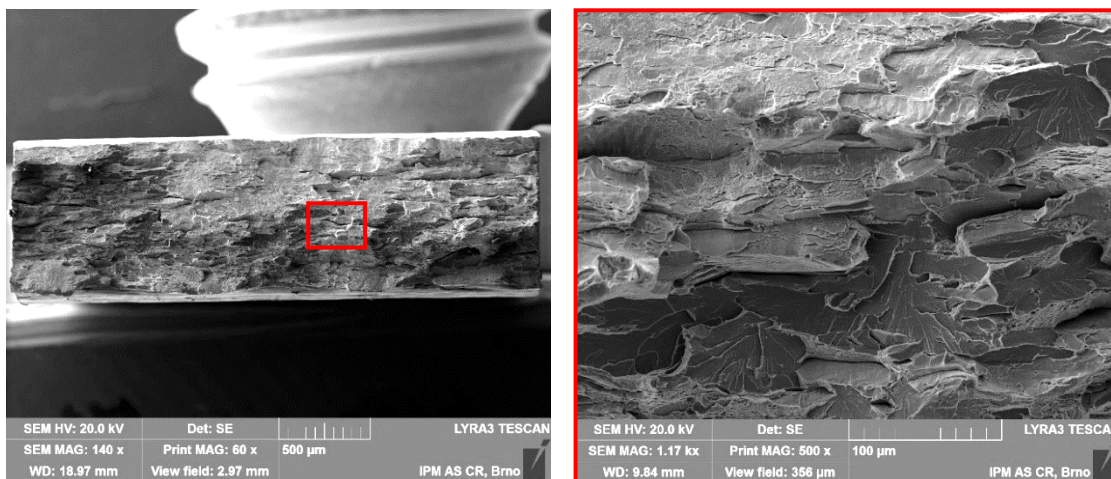
Mikrostruktura slitiny FeAlO byla po válcování za tepla jemnozrnná se střední velikostí zrn 0,2 μm (viz Obr. A8-c). Slitina byla následně rekrystalizačně žíhána za podmínek 1100 °C/3 hod s cílem dosažení větší velikosti zrna a tedy lepší schopnosti plastické deformace. Rekrystalizovaná zrna jsou protáhlá ve směru roviny válcování a zploštělá ve směru kolmém na rovinu válcování (viz. Obr A8-a,b). V mikrostruktuře slitiny byl zjištěn lokální výskyt shluků zrn malé velikosti i po prodělaném rekrystalizačním žíhání. Rekrystalizace zrn tedy neproběhla zcela úplně. Vzniklo bimodální rozložení zrn, kde velmi velká část zrn rekrystalizovala do střední velikosti 50 μm , ale ve struktuře stále zůstaly malé jemnozrnné oblasti se střední velikostí zrn okolo 1 μm (viz Obr. A8-e). Zrna jsou tvořena tuhým roztokem atomů železa a hliníku s rovnoměrnou distribucí částic oxidů Al_2O_3 , které jsou kulovitého tvaru a dosahují velikosti 10-20 nm (viz Obr. A8-d). Oxidy slouží jako překážky v pohybu dislokací a výrazně tak přispívají ke zvýšení pevnosti materiálu. Na okrajích zrn se vyskytují větší částice tmavé barvy, které zde lokálně tvoří téměř souvislé síťové (viz. Obr A8-a). EDS analýzou v SEM bylo zjištěno, že se pravděpodobně jedná o hrubé částice oxidů Al_2O_3 . Výskyt souvislých linií oxidů může značně oslabovat hranice zrn a napomáhat delaminaci zrn v průběhu zatěžování.



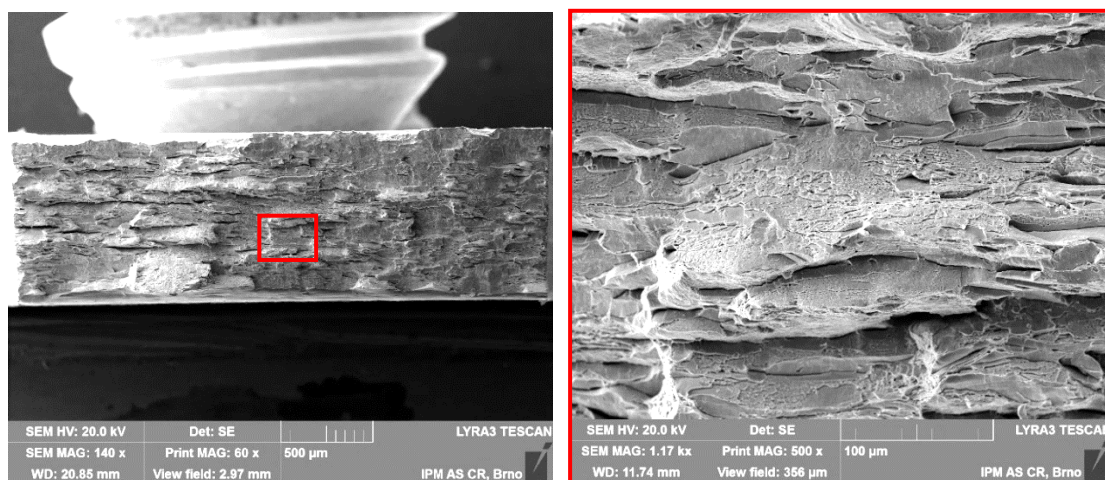
Obr. A8: Mikrostruktura slitiny FeAlO: a) rovina válcování, b) příčný směr, c) stav po válcování, d) detail oxidických precipitátů, e) bimodální rozložení zrn

Fraktografie lomových ploch

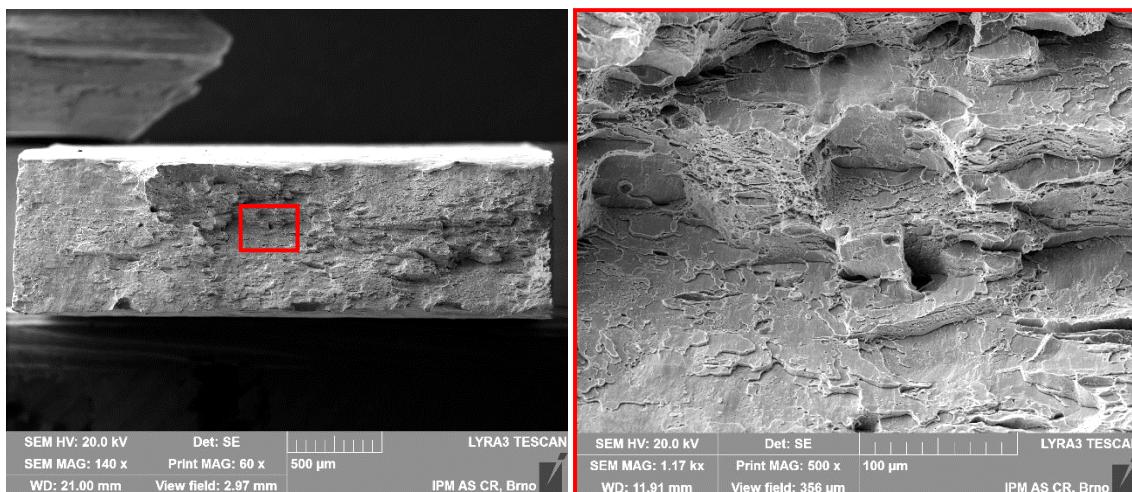
Vzhled lomových ploch byl pozorován pomocí SEM mikroskopu při zvětšení 60x; 500x a 20000x. Fraktografická analýza byla provedena na lomech tahových těles při teplotách 100 °C; 200 °C a 400 °C. Lom při teplotě 100 °C byl štěpným mechanismem. Při detailnějším pozorování lomové plochy jsou vidět štěpné fazety s říčkovou morfologií, které zabírají významnou plochu lomu (viz Obr. A9). Při testu za teploty 200 °C došlo během lomu k delaminaci zrn v rovinách paralelních s rovinou válcování (viz. Obr. A10). K delaminaci patrně přispěl i výskyt lokálního síťoví částic oxidů, které byly pozorovány pomocí analýzy mikrostruktury v SEM. Na lomové ploše lze stále nalézt malé oblasti fazet, ale už se nejedná o typické štěpné fazety. Při teplotě 400 °C byl lom už plně tvárný s jamkovou morfologií na celé lomové ploše (viz Obr. A11). Nebyl pozorován typicky transkrystalický typ lomu. Morfologie lomu svědčí, že k tvárnému lomu došlo v okolí hranic zrn. Jamky vznikaly okolo oxidických částic vyloučených z tuhého roztoku. Kvůli velkému počtu těchto iniciačních míst v mikrostruktuře materiálu musí docházet již při relativně malých deformacích k iniciaci a růstu dutin a jejich následné koalescenci, což má za následek malou velikost pozorovaných jamek (viz. Obr. A12). Vzhled lomových ploch v závislosti na teplotě souhlasí s polohou transitní oblasti zjištěné pomocí zkoušky rázem v ohybu.



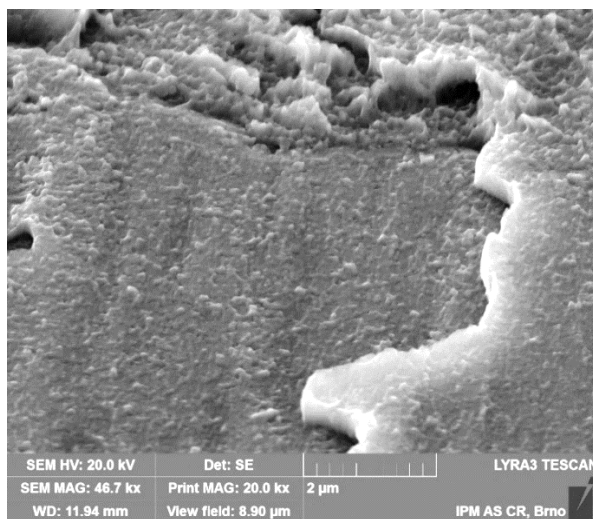
Obr. A9: Vzhled lomové plochy FeAlO při 100 °C.



Obr. A10: Vzhled lomové plochy FeAlO při 200 °C.



Obr. A11: Vzhled lomové plochy FeAlO při 400 °C.

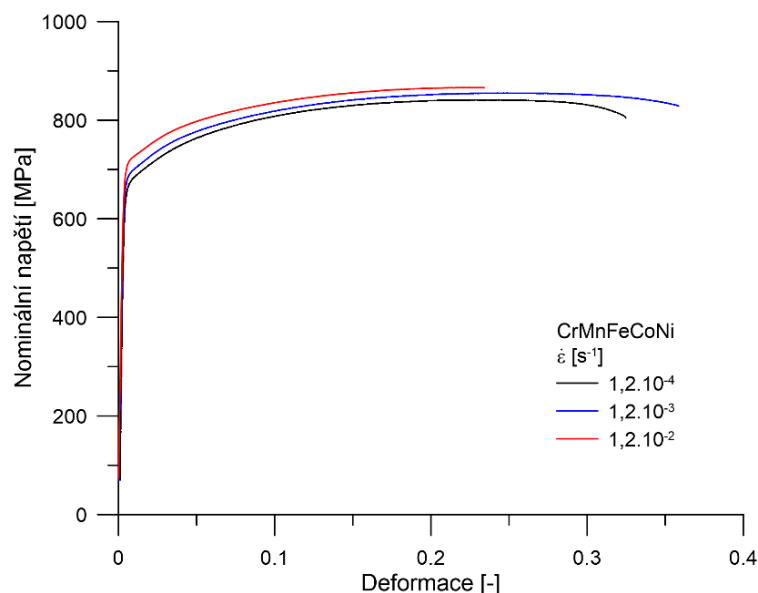


Obr. A12: Detail tvárných jamek (400 °C).

5.3.2 Slitina CrMnFeCoNi

Výsledky tahových zkoušek

Tahové křivky naměřené za pokojové teploty pro různé rychlosti deformace jsou vyneseny na Obr. A13.



Obr. A13: Tahové křivky slitiny CrMnFeCoNi.

Charakteristiky získané vyhodnocením tahových zkoušek jsou uvedené v Tab. A6. Z naměřených dat lze pozorovat mírný trend zvyšování meze kluzu a snižování tažnosti se zvyšující se rychlostí deformace. Rozptyl hodnot je ovšem velmi malý a vzhledem k tomu, že bylo měřeno pouze jedno těleso při daných podmínkách zatěžování, nelze tento trend potvrdit.

Těleso	$\dot{\epsilon}$	$R_{p0,2}$	R_m	E	A	Z	$R_m/R_{p0,2}$
	[s ⁻¹]	[MPa]	[MPa]	[GPa]	[%]	[%]	-
1	$1,2 \cdot 10^{-4}$	658,7	841,1	202	32,5	36,9	1,28
2	$1,2 \cdot 10^{-3}$	672,8	854,9	203	35,9	34,9	1,28
3	$1,2 \cdot 10^{-2}$	702,2	866,2	202	23,4	20,5	1,23

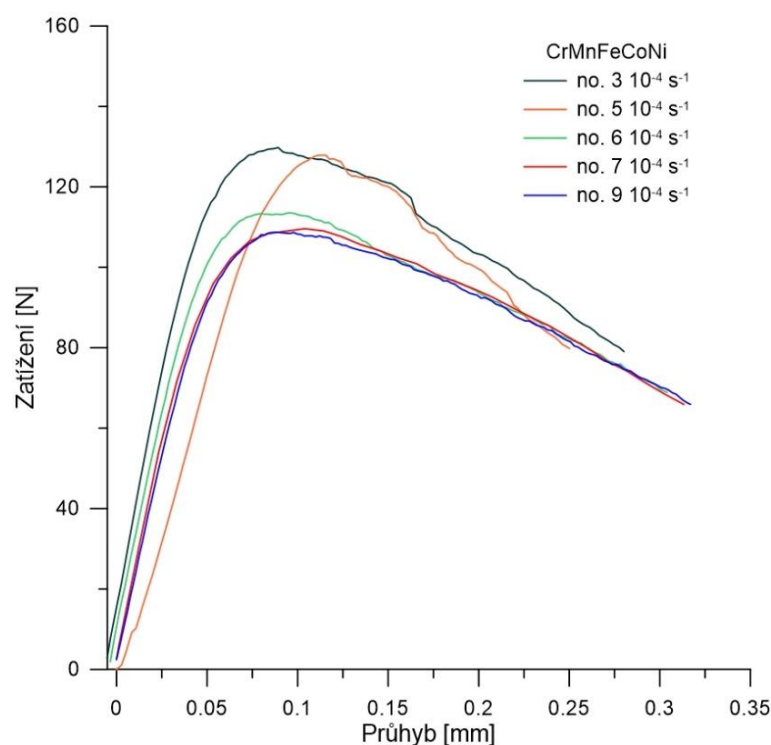
Tab. A6: Výsledky tahových zkoušek.

Výsledky zkoušek lomové houževnatosti

Lomová houževnatost slitiny CrMnFeCoNi byla měřena metodou jednoho tělesa podle kapitoly 4.4.3 a vyhodnocena podle normy ASTM E 1820. V Tab. A7 jsou uvedeny rozměry jednotlivých těles spolu s hodnotami J-integrálu J_u pro jednotlivé rychlosti deformace za pokojové teploty. Na Obr. A14 jsou záznamy průhybu tělesa v závislosti na aplikované síle.

Těleso	$\dot{\epsilon}$	B	W	a_0	Δa	J_u	$J_u = J_{IC}$	K_{J_u}
	[s ⁻¹]	[mm]	[mm]	[mm]	[mm]	[kJ/m ²]	-	[MPa · m ^{0,5}]
HEA_3	10 ⁻⁴	1,011	2,660	1,319	0,412	32,9	ano	82,9
HEA_5	10 ⁻⁴	0,991	2,685	1,309	0,400	43,9	ano	95,7
HEA_6	10 ⁻⁴	0,956	2,574	1,253	0,431	44,1	ano	95,9
HEA_7	10 ⁻³	0,971	2,659	1,392	0,406	45,3	ano	97,3
HEA_9	10 ⁻²	0,957	2,593	1,326	0,396	45,8	ano	97,8

Tab. A7: Základní rozměry zkušebních těles a určené hodnoty lomové houževnatosti.

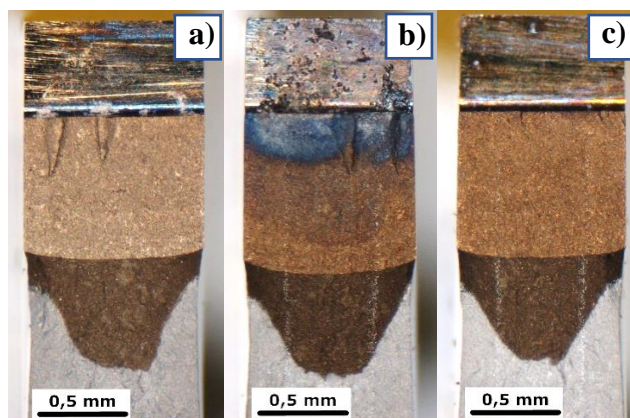


Obr. A14: Záznamy zkoušek lomové houževnatosti.

Zkušební tělesa byla zatěžována různými rychlostmi deformace za pokojové teploty. Tělesa byla zatížena do velmi podobné úrovně deformace za vzniku tvárné trhliny délky přibližně 0,4 mm. Ze záznamů testů lze určit hodnotu J_u pro konečnou hodnotu tvárného natržení $\Delta a \sim 0,4$ mm získanou při testech. Hodnota J-integrálu při délce trhliny 0,4 mm je obecně bod J-R křivky odpovídající vyšší úrovni, než je provizorní hodnota J_Q určovaná pomocí tzv. blunting line, což znamená v případě studované slitiny délku trhliny 0,23 mm. Hodnoty J_u lze ověřit z hlediska platnosti EPLM, jako by se jednalo o hodnotu J_Q , a srovnat tak podmínky napětí-ovně-deformačního stavu na čele trhliny během testu (viz rovnice 4.19-4.21). Z tohoto hlediska určená hodnota J_u vyhovuje a velikost těles je dostatečná pro určení platné hodnoty J_{IC} . Hodnoty J_u tedy byly určeny za podmínek RD při stavu malých plastických deformací na čele trhliny.

Vzhledem k tomu, že byl přírůstek trhliny ve všech zkušebních těles přibližně stejný, lze hodnoty J_u vzájemně porovnat a určit tak vliv rychlosti deformace na lomové vlastnosti slitiny CrMnFeCoNi. Z určených výsledků však žádný vliv rychlosti deformace v rozmezí 10^{-4} až 10^{-2} s^{-1} nebyl pozorován.

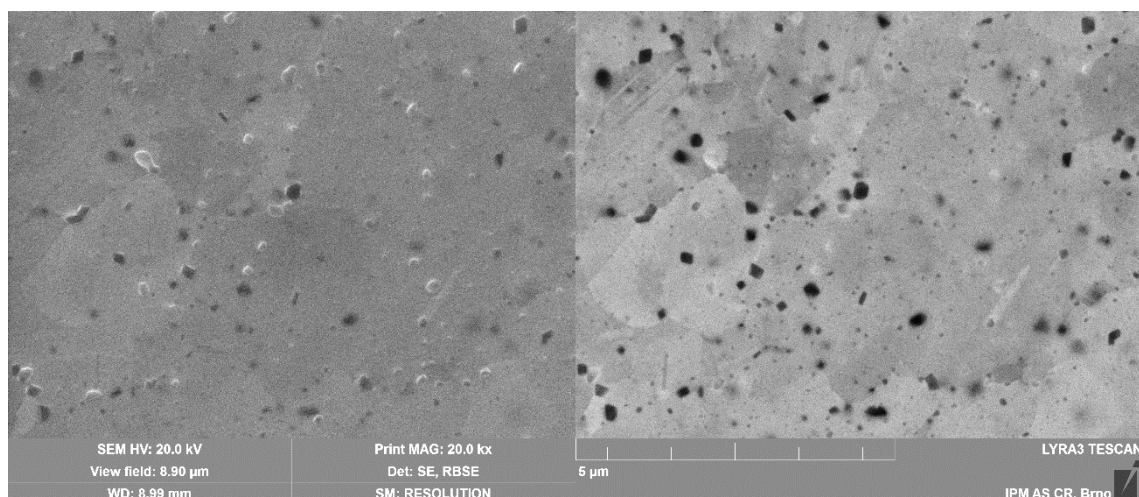
Vzhled lomových ploch těles při různých rychlostech deformace je na Obr. A15. Na lomových plochách je patrná obdobná velikost počáteční trhliny a_0 a přibližně stejný přírůstek trhliny Δa . Míra plastické deformace je pro všechny tři rychlosti deformace stejná.



Obr. A15: Vzhled lomových ploch těles: a) 10^{-4} s^{-1} , b) 10^{-3} s^{-1} , c) 10^{-2} s^{-1}

Metalografická analýza mikrostruktury

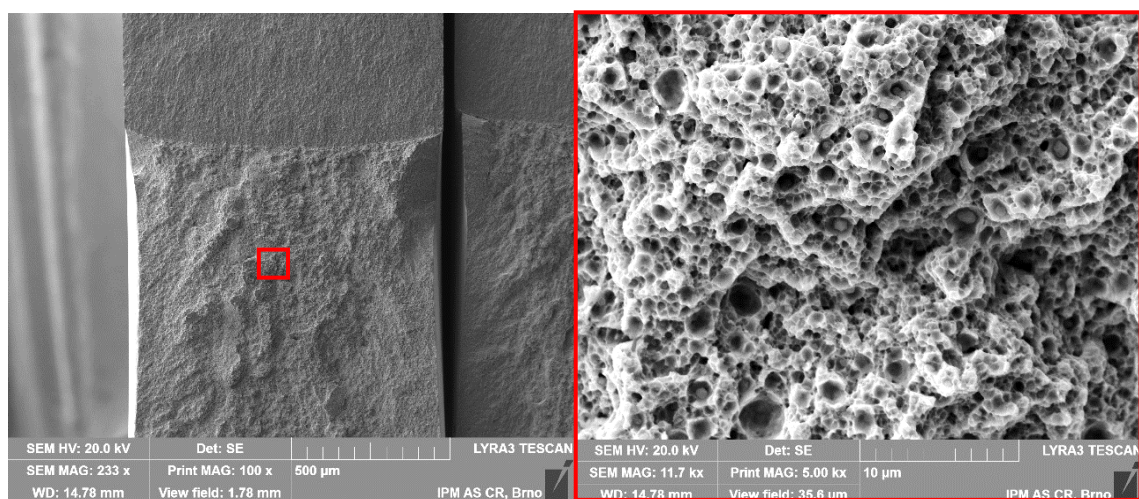
Na Obr. A16 je pozorovaná mikrostruktura vzorku vysoce-entropické CrMnFeCoNi slitiny po zhuštění metodou SPS. Pórovitost struktury je minimální, takže můžeme předpokládat, že slinutí prášku proběhlo do velmi dobře konsolidovaného objemu materiálu. V okrajových částech SPS disku do hloubky přibližně 1 mm se objevuje velké množství karbidů kvůli kontaminaci materiálu uhlíkem z grafitové zápusťky během SPS procesu. Z tohoto důvodu nebyla tato oblast použita pro výrobu zkušebních těles a ani nebyla dále analyzována. Ve střední části disku se objevují dva typy oxidických vměstků kulovitého tvaru. Liší se od sebe především v obsahu kyslíku, kde tmavé částice obsahují 6-8 hm.% a světlé částice 2-4 hm.% kyslíku ve srovnání s matricí obsahující přibližně 1 hm.% kyslíku. Matrice slitiny je až na zjištěnou kontaminaci kyslíkem tvořena tuhým roztokem s ekvatomárním složením (viz Obr. A16). Kyslík do slitiny pronikal především při manipulaci s práškem. Oxidy ve struktuře vznikaly už během mechanického legování pravděpodobně v místech defektů (bodových nebo plošných). Nerozpuštěný kyslík ve struktuře se zde koncentroval a vytvořil iniciační místa pro oxidické vměstky. Blíže je tento mechanismus popsán v kapitole 2.1. U obou typů oxidů došlo během konsolidace ke zhubnutí určitého podílu oxidických částic na průměrnou velikost tmavých částic $0,2 \pm 0,06 \mu\text{m}$ a světlých částic $0,19 \pm 0,07 \mu\text{m}$. Ostatní nezhrublé oxidy mají velikost v řádu desítek nanometrů. Celkově oxidické částice zabírají přibližně 6 obj. % mikrostruktury. Velké oxidické vměstky se v mikrostruktuře často vyskytují na hranicích zrn a potlačily tak růst zrna v průběhu procesu konsolidace. To může být jeden z důvodů menší velikosti zrna slitiny CrMnFeCoNi, kdy byla určena průměrná velikost zrna $1,9 \pm 0,83 \mu\text{m}$.



Obr. A16: Mikrostruktura slitiny CrMnFeCoNi.

Fraktografie lomových ploch

Vzhled lomových ploch byl pozorován pomocí SEM mikroskopu při zvětšení 100x a 5000x. Fraktografická analýza byla provedena na lomech těles pro lomovou houževnatost. Vzhled všech lomových ploch byl pro všechny rychlosti deformace stejný a ve výsledcích práce je tedy ukázán pouze jeden modelový lom (viz Obr. A17). Během lomu nedošlo k rozsáhlé plastické deformaci těles a lom lze klasifikovat jako nízkoenergetický tvárný lom. Lom proběhl tvárným mechanismem s jamkovou morfologií. Jamky převážně nukleovaly na oxidických vměstečích ve struktuře, které byly pozorovány na dně jamek. Vzniklé jamky jsou velmi mělké a mají velikost $1 \pm 0,5 \mu\text{m}$. Malé rozměry jamek jsou způsobeny vysokou hustotou oxidických vměstků ve struktuře a rychlým počátkem koalescence dutin při růstu trhliny.



Obr. A17: Vzhled lomových ploch CrMnFeCoNi.

6 DISKUZE

Mechanické vlastnosti zkoumaných slitin byly měřeny pomocí miniaturních zkušebních těles. Kvůli nízké úrovni houževnatosti obou slitin, pramenící z jejich výroby práškovou metalurgií, bylo nutné zdokonalit aplikovanou metodiku přípravy trhliny v SENB tělesech pro zkoušky lomové houževnatosti (viz kap. 5.2.2). Byla vyvinuta metodika cyklování těles o rozměrech 3x1x18 mm ze slitiny CrMnFeCoNi, které vznikly využitím zbylé části polotovaru disku při výrobě plochých tahových těles typu „Dog-bone“. Díky získaným poznatkům pak byla nacyklována SENB tělesa 3x1,5x24 mm ze slitiny FeAlO za pokojové teploty, při které se slitina nachází v dolní prahové oblasti lomové houževnatosti. I přes její křehké chování tak nebylo nutné tělesa cyklovat za zvýšené teploty, což by vzhledem k rozměrům tělesa a nutnosti periodických kontrol délky trhliny bylo velmi obtížné. Miniaturní SENB tělesa byla použita i v pracích [56, 57], kde byla použita tělesa 6x6x30 a 4x4x15 v tomto pořadí. Tělesa byla použita na měření materiálů přesahující faktor intenzity napětí 100 MPa.m^{0,5}, což je výrazně více než houževnatost slitin studovaných v této práci.

Kontaminace materiálu v průběhu všech stádií procesu výroby metodami práškové metalurgie je jedním z nedostatků této metody a nelze se jí plně vyhnout [58]. Slitiny vyrobené pomocí práškové metalurgie jsou kontaminovány především kyslíkem, uhlíkem a dusíkem podle zvolených podmínek procesů výroby [58]. Hlavní příspěvek kontaminace kyslíkem je oxidace prášku při výrobě, manipulaci a skladování [58]. U uhlíku a dusíku závisí kontaminace především na podmínkách a délce mechanického legování [58]. U obou slitin zkoumaných v této práci došlo k významné kontaminaci kyslíkem. U slitiny CrMnFeCoNi navíc došlo ke kontaminaci uhlíkem u okrajových částí disku, které ovšem nebyly použity pro mechanické testy, a tak pro naši práci nebyla významná. Jemné částice oxidů zapříčinily zvýšení meze kluzu a pevnosti obou slitin. Především u slitiny FeAlO je to žádoucí mechanismus, na kterém je postavena koncepce slitiny, a díky stabilním oxidům si tato slitina udržuje vysokou pevnost i při nejvyšší hodnocené teplotě 600 °C. Zároveň ale došlo, vysokým obsahem oxidů v obou slitinách, ke snížení tvárnosti a houževnatosti.

Naměřené tahové vlastnosti slitiny CrMnFeCoNi vykazují dobrou kombinaci pevnosti a tažnosti při uvážení technologie výroby slitiny práškovou metalurgií. Srovnatelné pevnostní vlastnosti při tahovém zatížení vykazují slitiny v pracích [9, 59]. Litá slitina zkoumaná Sunem a spol. [59] vykazuje během zkoušky tahem za pokojové teploty deformaci až 40 %. To je výrazně více než pro slitiny konsolidované metodou SPS, které dosáhly v případě slitiny zkoumané v této práci 23-36 % a v případě slitiny vyrobené Joo a spol. 0,5 % [9]. Vysoké hodnoty deformace lité slitiny jsou dosaženy především vysokou čistotou, která oproti slitinám vyrobeným z prášku a konsolidovaným metodou SPS obsahuje minimální množství vměstků nebo precipitátů [59]. Díky malé velikosti zrn 0,6 µm dosahuje litá slitina meze kluzu 798 MPa, oproti 658,7 MPa při velikosti zrna 1,5 µm (slitina z této práce) a 600 MPa při velikosti zrna 1,9 µm [9]. Z toho lze uvažovat, že mez kluzu u této slitiny závisí především na velikosti zrn. Zpevnění částicemi precipitátů/oxidů nemá zřejmě tak velký příspěvek, ale projevuje se především „pinning“ efektem, kdy částice oxidů/precipitátů omezují růst velikosti zrna. Z prací [18, 59] lze předpokládat, že slitina CrMnFeCoNi by za kryogenních teplot vykazovala ještě lepší tahové vlastnosti, než za pokojové teploty díky aktivování dvojčatění jako dalšího mechanismu plastické deformace.

V rámci mechanických zkoušek byl také zkoumán vliv rychlosti deformace v rozmezí 10^{-4} - 10^{-2} s⁻¹ na tahové a lomové vlastnosti slitiny. Pro toto rozmezí rychlostí deformace nebyl s určitostí pozorován vliv na sledované vlastnosti. V literatuře zjistili Shabani a spol. [60] růst meze kluzu o 18,4 % pro rozsah rychlostí deformace 10^{-4} - 10^{-1} s⁻¹. To mohlo být způsobeno větší střední velikostí zrn 24 μ m. Podle prací [61, 62] je totiž vliv rychlosti deformace u slitiny CrMnFeCoNi závislý na velikosti zrna, přičemž se s menší velikostí zrna snižuje.

Mechanismus lomu slitiny CrMnFeCoNi byl tvárný lom s jamkovou morfologií. K růstu trhliny došlo koalescencí mikroductin, které iniciovaly na oxidických vměstcích po hranicích zrn. Přítomnost tvrdých a relativně velkých částic oxidů vzhledem k velikosti zrna způsobuje na hranicích zrn velkou koncentraci napětí a brání tedy v rozvinutí transkrystalického lomu jdoucí přes objem zrna. Kvůli velkému počtu těchto nukleačních míst pro tvorbu dutin došlo brzy k jejich koalescenci a vzniklé jamky jsou mělké. Deformace během lomu se tedy lokalizovala v úzké oblasti v okolí hranic zrn. Velikost zrna menší, než je tzv. kritická velikost zrna, je sama o sobě důvodem omezené plastické deformace materiálu. Obě skutečnosti způsobují, že je u této slitiny pozorován pouze nízkoenergetický tvárný lom. Při pokojové teplotě byla určena hodnota lomové houževnatosti vyjádřená J-integrálem $J_{u0,4}=42,4$ kJ/m², což bylo přepočítáno na hodnotu $K_{Ju}=93,9$ MPa·m^{0,5}. Podle literatury [22, 63] však může slitina CrMnFeCoNi za pokojové teploty dosahovat hodnot K_{Jc} až 217 MPa·m^{0,5} a tuto hodnotu si udržet i za kryogenních teplot. Takto vysoký faktor intenzity napětí byl měřen u lité slitiny s velikostí zrn 6 μ m při minimálním obsahu vměstků/precipitátů. Velký rozdíl ve faktoru intenzity napětí slitin je způsoben především vyšší čistotou lité slitiny [22]. Díky tomu se ve struktuře vyskytuje daleko menší počet oxidických vměstků (průměrná vzdálenost oxidů je 49,6 μ m oproti 1 μ m). Dutiny, které na těchto precipitátech iniciují, tak mohou růst do větších velikostí a rozvoj lomového procesu je mnohem energeticky náročnější než v případě námi zkoumané slitiny.

Tahové vlastnosti nové experimentální slitiny FeAlO lze přirovnat k ODS oceli MA956 [48, 64]. Slitina FeAlO má za pokojové teploty mez kluzu 940 MPa. Stejně jako u oceli MA956 dochází u slitiny FeAlO do 400 °C pouze k mírnému poklesu meze kluzu a mírnému zvýšení tažnosti. V oblasti teplot nad 400 °C pak dochází ke skokovému poklesu meze kluzu a výraznému zvětšení tvárnosti slitiny. To v případě námi zkoumané slitiny znamenalo pokles meze kluzu na 559 MPa a vzrůst tažnosti na 45 %. Při pokojové teplotě je tažnost experimentálně vytvořené slitiny srovnatelná s litým stavem oceli MA956 v pracích [48, 64]. Na slitině FeAlO byly v rámci práce provedeny zkoušky rázem v ohybu za účelem popsání transičního chování této slitiny. Bylo zjištěno, že transiční oblast se nachází mezi teplotami 100-250 °C a $t_{DBTT}=+166$ °C. V porovnání s ocelí MA956 má tedy slitina FeAlO posunutou transiční oblast k vyšším teplotám. Podle výsledků práce [65] na Charpy tělesech větší velikosti 3x4x27 mm je transiční oblast slitiny MA956 mezi teplotami 0-100 °C a $t_{DBTT}=50$ °C. Je nutno zmínit, že v případě použití Charpy tělesa 3x4x27 mm by byla pro FeAlO slitinu zjištěna vyšší teplota t_{DBTT} pramenící právě z vyšší úrovně constraintu tělesa s větší velikostí.

Lomová houževnatost slitiny FeAlO byla určována v rozmezí teplot 23-200 °C. V dolní prahové oblasti (do 100 °C) docházelo v tělesech během lomu k Pop-in efektům, tedy ke krátkému nestabilnímu šíření trhliny, což je pravděpodobně důsledek štěpného porušení nebo štěpné delaminace na hranicích zrn (s uvážením výsledků fraktografické analýzy). Kvůli tomu bylo možné z hlediska LELM vyhodnotit pouze těleso *no. 1*, u kterého byla určena hodnota faktoru intenzity napětí $K_{Ic}=16,4 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$. Ostatní tělesa byla vyhodnocena pomocí přístupu EPLM. S rostoucí teplotou rostla i lomová houževnatost slitiny FeAlO. Nejvyšší hodnota J-integrálu byla určena při teplotě 200 °C, která odpovídala faktoru intenzity napětí $K_{Jc}=51,3 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$. Na základě výsledků tahových a rázových zkoušek lze předpokládat, že se nejedná o maximum hodnot lomové houževnatosti slitiny a minimálně do teploty 400 °C lze očekávat její další růst.

7 ZÁVĚR

Diplomová práce se zabývala charakterizací mechanických vlastností dvou slitin z laboratorního množství materiálu vyrobeného na Ústavu fyziky materiálů AV ČR, v. v. i. Jednalo se o slitiny vyrobené metodami práškové metalurgie, jmenovitě o vysoce-entropickou slitinu CrMnFeCoNi a vyvíjenou slitinu FeAlO disperzně zpevněnou oxidy. Kvůli omezenému množství zkušebnímu materiálu byly mechanické vlastnosti obou slitin určovány pomocí miniaturních zkušebních těles. Byly splněny všechny stanovené cíle diplomové práce. Získané výsledky jsou shrnuty v následujících bodech:

- Byla rozvinuta a zdokonalena příprava miniaturních zkušebních těles pro kovové slitiny s nízkou úrovní houževnatosti. Byl zdokonalen proces cyklování trhliny v miniaturních tělesech pro tříbodový ohyb, který vyžaduje přesné dodržení vhodné hodnoty faktoru intenzity napětí při nízké rychlosti zatěžování.
- Pomocí použití miniaturních zkušebních těles byly zjištěny následující mechanické a lomové vlastnosti oxidy disperzně zpevněné slitiny FeAlO. Slitina dosahuje vysokých hodnot pevnosti, s mezí kluzu 940 MPa při pokojové teplotě a zachovává si vysokou úroveň pevnosti do 400 °C, kdy dochází k významnému poklesu až na hodnotu 333 MPa při 600 °C. Byla určena tranzitní teplota $t_{DBTT}=+166$ °C, což znamená, že se materiál nachází v dolní prahové oblasti za pokojové teploty. Byly určeny platné hodnoty lomové houževnatosti slitiny až do teploty 200 °C, kdy slitina dosahuje lomové houževnatosti $K_{Ic}=51,3$ MPa·m^{0,5}.
- Pomocí použití miniaturních zkušebních těles byly zjištěny následující mechanické a lomové vlastnosti vysoce-entropické slitiny CrMnFeCoNi. Slitina dosahuje hodnoty meze kluzu vyšší než 650 MPa a lomové houževnatosti při délce přírůstku tvárné trhliny 0,4 mm $J_{u0,4}=42,4$ kJ/m². Ve studovaném rozmezí rychlosti deformace 10^{-4} - 10^{-2} s⁻¹ nebyl s určitostí zjištěn vliv na mechanické a lomové vlastnosti slitiny.
- Pomocí metalografické a fraktografické analýzy byl určen vliv mikrostruktury na mechanické vlastnosti obou slitin. Deformační a lomové vlastnosti jsou silně ovlivněny přítomností nečistot nebo nežádoucích fází vzniklých při procesu výroby slitin metodami práškové metalurgie. Omezení nebo potlačení nežádoucí kontaminace slitin může významným způsobem přispět ke zlepšení jejich mechanických vlastností.

LITERATURA

- [1] CANTOR, B., I. T. H. CHANG, P. KNIGHT a A. J. B. VINCENT. Microstructural development in equiatomic multicomponent alloys. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2004, **375–377**, 213–218.[cit. 2021-04-05].ISSN 0921-5093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2003.10.257
- [2] LU, Z. P., H. WANG, M. W. CHEN, I. BAKER, J. W. YEH, C. T. LIU a T. G. NIEH. An assessment on the future development of high-entropy alloys: Summary from a recent workshop. *Intermetallics* [online]. 2015, **66**, 67–76. [cit. 2021-04-05]. ISSN 0966-9795. Dostupné z: doi:10.1016/j.intermet.2015.06.021
- [3] YEH, Jien-Wei. Alloy Design Strategies and Future Trends in High-Entropy Alloys. *JOM* [online]. 2013, **65**(12), 1759–1771. [cit. 2021-04-05]. ISSN 1543-1851. Dostupné z: doi:10.1007/s11837-013-0761-6
- [4] MIRACLE, D. B. a O. N. SENKOV. A critical review of high entropy alloys and related concepts. *Acta Materialia* [online]. 2017, **122**, 448–511. [cit. 2021-04-05]. ISSN 1359-6454. Dostupné z: doi:10.1016/j.actamat.2016.08.081
- [5] MURTY, B.S., J.W. YEH a S. RANGANATHAN. High-Entropy Alloys. *High Entropy Alloys* [online]. Elsevier, 2014, 2014, s. 13-35 [cit. 2021-5-21]. ISBN 9780128002513. Dostupné z: doi:10.1016/B978-0-12-800251-3.00002-X
- [6] GLASSER, Leslie a H. JENKINS. Thermodynamics in Material Science. *Entropy* [online]. 2018, **20**(7) [cit. 2021-5-21]. ISSN 1099-4300. Dostupné z: doi:10.3390/e20070532
- [7] YEH, Jien-Wei. Physical Metallurgy of High-Entropy Alloys. *JOM* [online]. 2015, **67**(10), 2254–2261. ISSN 1543-1851. [cit. 2021-5-21]. Dostupné z: doi:10.1007/s11837-015-1583-5
- [8] ZHANG, Yong, Ting Ting ZUO, Zhi TANG, Michael C. GAO, Karin A. DAHMEN, Peter K. LIAW a Zhao Ping LU. Microstructures and properties of high-entropy alloys. *Progress in Materials Science* [online]. 2014, **61**, 1–93. [cit. 2021-5-21]. ISSN 0079-6425. Dostupné z: doi:10.1016/j.pmatsci.2013.10.001
- [9] JOO, S. -H., H. KATO, M. J. JANG, J. MOON, E. B. KIM, S. -J. HONG a H. S. KIM. Structure and properties of ultrafine-grained CoCrFeMnNi high-entropy alloys produced by mechanical alloying and spark plasma sintering. *Journal of Alloys and Compounds* [online]. 2017, **698**, 591–604. [cit. 2021-5-21]. ISSN 0925-8388. Dostupné z: doi:10.1016/j.jallcom.2016.12.010
- [10] TSAI, K. -Y., M. -H. TSAI a J. -W. YEH. Sluggish diffusion in Co–Cr–Fe–Mn–Ni high-entropy alloys. *Acta Materialia* [online]. 2013, **61**(13), 4887–4897. ISSN 1359-6454. [cit. 2021-5-21]. Dostupné z: doi:10.1016/j.actamat.2013.04.058

- [11] YIN, Xiang, Shuqiong XU a Huining XIAO. Properties and Preparation of High Entropy Alloys. *MATEC Web of Conferences* [online]. 2018, **142** [cit. 2021-5-21]. ISSN 2261-236X. Dostupné z: doi:10.1051/mateconf/201714203003
- [12] ALSHATAIF, Yaser A., S. SIVASANKARAN, Fahad A. AL-MUFADI, Abdulaziz S. ALABOODI a Hany R. AMMAR. Manufacturing Methods, Microstructural and Mechanical Properties Evolutions of High-Entropy Alloys: A Review. *Metals and Materials International* [online]. 2020, **26**(8), 1099–1133.[cit. 2021-5-21]. ISSN 2005-4149. Dostupné z: doi:10.1007/s12540-019-00565-z
- [13] PÍŠEK, D. *Vysoce-entropické slitiny - objemové slitiny a povrchové úpravy*. Brno. 2017. 72 s. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství.
- [14] KIM, Hanuel, Seungjin NAM, Aeran ROH, Myungwoo SON, Moon-Ho HAM, Jae-Hun KIM a Hyunjoo CHOI. Mechanical and electrical properties of NbMoTaW refractory high-entropy alloy thin films. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* [online]. 2019, **80**, 286–291.[cit. 2021-5-21]. ISSN 0263-4368. Dostupné z: doi:10.1016/j.ijrmhm.2019.02.005
- [15] KUBÍČEK, Antonín. *Vliv podmínek mechanického legování na kontaminaci práškových směsí a bulk materiálů* [online]. Brno, 2020. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav materiálových věd a inženýrství. Vedoucí práce Igor Moravčík
- [16] YANG, X. a Y. ZHANG. Prediction of high-entropy stabilized solid-solution in multi-component alloys. *Materials Chemistry and Physics* [online]. 2012, **132**(2), 233–238. ISSN 0254-0584. Dostupné z: doi:10.1016/j.matchemphys.2011.11.021
- [17] CHEN, Jian, Xueyang ZHOU, Weili WANG, Bing LIU, Yukun LV, Wei YANG, Dapeng XU a Yong LIU. A review on fundamental of high entropy alloys with promising high-temperature properties. *Journal of Alloys and Compounds* [online]. 2018, **760**, 15-30 [cit. 2021-5-21]. ISSN 09258388. Dostupné z: doi:10.1016/j.jallcom.2018.05.067
- [18] OTTO, F., A. DLOUHÝ, Ch. SOMSEN, H. BEI, G. EGGELER a E. P. GEORGE. The influences of temperature and microstructure on the tensile properties of a CoCrFeMnNi high-entropy alloy. *Acta Materialia* [online]. 2013, **61**(15), 5743–5755. ISSN 1359-6454. Dostupné z: doi:10.1016/j.actamat.2013.06.018
- [19] CHENG, Hu, Wei CHEN, Xiaoqiang LIU, Qunhua TANG, Yanchong XIE a Pinqiang DAI. Effect of Ti and C additions on the microstructure and mechanical properties of the FeCoCrNiMn high-entropy alloy. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2018, **719**, 192-198 [cit. 2021-5-21]. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2018.02.040

- [20] CHENG, H., H. Y. WANG, Y. C. XIE, Q. H. TANG a P. Q. DAI. Controllable fabrication of a carbide-containing FeCoCrNiMn high-entropy alloy: microstructure and mechanical properties. *Materials Science and Technology* [online]. 2017, **33**(17), 2032-2039 [cit. 2021-5-21]. ISSN 0267-0836. Dostupné z: doi:10.1080/02670836.2017.1342367
- [21] LI, Ziyong, Liming FU, Han ZHENG, Rui YU, Lifeng LV, Yanle SUN, Xianping DONG a Aidang SHAN. Effect of Annealing Temperature on Microstructure and Mechanical Properties of a Severe Cold-Rolled FeCoCrNiMn High-Entropy Alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A* [online]. 2019, **50**(7), 3223–3237. ISSN 1543-1940. [cit. 2021-5-21]. Dostupné z: doi:10.1007/s11661-019-05231-y
- [22] GLUDOVATZ, Bernd, Anton HOHENWARTER, Dhiraj CATOOR, Edwin H. CHANG, Easo P. GEORGE a Robert O. RITCHIE. A fracture-resistant high-entropy alloy for cryogenic applications [online]. 2014 [cit. 2020-03-08]. ISSN 0036-8075. Dostupné z: <https://pubag.nal.usda.gov/catalog/3128968>
- [23] MAZIASZ, P. J., G. M. GOODWIN, D. J. ALEXANDER a S. VISWANATHAN. *Alloy development and processing of FeAl: An overview* [online]. CONF-961017-17. B.m.: Oak Ridge National Lab., TN (United States). 1997 [vid. 2021-03-27]. Dostupné z: <https://www.osti.gov/biblio/448094>
- [24] FIELD, Kevin G., Mary A. SNEAD, Yukinori YAMAMOTO a Kurt A. TERRANI. *Handbook on the Material Properties of FeCrAl Alloys for Nuclear Power Production Applications (FY18 Version: Revision 1)* [online]. ORNL/SPR-2018/905. B.m.: Oak Ridge National Lab. (ORNL), Oak Ridge, TN (United States). 2018 [vid. 2021-01-11]. Dostupné z: doi:<https://doi.org/10.2172/1474581>
- [25] Iron aluminides: present status and future prospects. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 1998, **258**(1–2), 1–14. [cit. 2020-03-08]. ISSN 0921-5093. Dostupné z: doi:10.1016/S0921-5093(98)00909-5
- [26] SINA, H., J. CORNELIUSSON, K. TURBA a S. IYENGAR. A study on the formation of iron aluminide (FeAl) from elemental powders. *Journal of Alloys and Compounds* [online]. 2015, **636**, 261-269 [cit. 2021-5-21]. ISSN 09258388. Dostupné z: doi:10.1016/j.jallcom.2015.02.132
- [27] SVOBODA, Jiří, Vít HORNÍK, Luděk STRATIL, Hynek HADRABA, Bohuslav MAŠEK, Omid KHALAJ a Hana JIRKOVÁ. Microstructure Evolution in ODS Alloys with a High-Volume Fraction of Nano Oxides. *Metals* [online]. 2018, **8**(12) [cit. 2021-5-21]. ISSN 2075-4701. Dostupné z: doi:10.3390/met8121079
- [28] WILLIAMS, Ceri A., Paulina UNIFANTOWICZ, Nadine BALUC, George D. W. SMITH a Emmanuelle A. MARQUIS. The formation and evolution of oxide particles in oxide-dispersion-strengthened ferritic steels during processing. *Acta Materialia* [online]. 2013, **61**(6), 2219–2235. [cit. 2021-5-21] ISSN 1359-6454. Dostupné z: doi:10.1016/j.actamat.2012.12.042

- [29] DYMÁČEK, Petr, Jiří SVOBODA, Hana JIRKOVÁ, Luděk STRATIL a Vít HORNÍK. Microstructure evolution and creep strength of new-generation oxide dispersion strengthened alloys with high volume fraction of nano-oxides. *Procedia Structural Integrity* [online]. 2019, **17**, 427-433 [cit. 2021-5-21]. ISSN 24523216. Dostupné z: doi:10.1016/j.prostr.2019.08.056
- [30] ZHENG, Jiyun, Yuzhen JIA, Peinan DU, et al. Control of Laves Precipitation in a FeCrAl-based Alloy Through Severe Thermomechanical Processing. *Materials* [online]. 2019, **12**(18) [cit. 2021-5-21]. ISSN 1996-1944. Dostupné z: doi:10.3390/ma12182939
- [31] KRUML, Tomáš a Jean-Pierre MICHEL. *Mechanismy plastické deformace*. Vysoké učení technické v Brně, 2012.
- [32] HEZCKO, M. *High temperature deformation mechanism*. Brno: Brno University of Technology, Faculty of Mechanical Engineering, 2019. 189 p. Supervisor: Prof. Mgr. Tomáš Kruml, Csc.
- [33] MAYER, Thomas. *Characterisation and Modelling of the Microstructural and Mechanical Evolution of a Steam Turbine Rotor Steel*. ETH Zurich, Faculty of Mechanical engineering, 2012.
- [34] SKOTNICOVÁ, Kateřina a Miroslav KURSA. *Prášková metalurgie: studijní opory : učební text, scénáře, testy*. Ostrava: VŠB - Technická univerzita Ostrava, 2013. ISBN 978-80-248-3378-1.
- [35] SURYANARAYANA, C. Mechanical alloying and milling. *Progress in Materials Science* [online]. 2001, **46**(1), 1–184. [cit. 2021-5-21]. ISSN 0079-6425. Dostupné z: doi:10.1016/S0079-6425(99)00010-9
- [36] SURYANARAYANA, C, E IVANOV a V.V BOLDYREV. The science and technology of mechanical alloying. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2001, **304-306**, 151-158 [cit. 2021-5-21]. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/S0921-5093(00)01465-9
- [37] LÜ, L. a M. O. LAI. Mechanisms of Mechanical Alloying. In: L. LÜ a M. O. LAI, ed. *Mechanical Alloying* [online]. Boston, MA: Springer US, 1998 [cit. 2020-03-08], s. 203–227. ISBN 978-1-4615-5509-4. Dostupné z: doi:10.1007/978-1-4615-5509-4_8
- [38] OMORI, Mamoru. Sintering, consolidation, reaction and crystal growth by the spark plasma system (SPS). *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2000, **287**(2), 183–188. [cit. 2021-5-21]. ISSN 0921-5093. Dostupné z: doi:10.1016/S0921-5093(00)00773-5
- [39] CINERT, Jakub. *Study of mechanisms of the Spark Plasma Sintering technique*. Prague: Czech technical university in Prague, Faculty of Electrical Engineering 2018.

- [40] ZHANG, Zhao-Hui, Zhen-Feng LIU, Ji-Fang LU, Xiang-Bo SHEN, Fu-Chi WANG a Yan-Dong WANG. The sintering mechanism in spark plasma sintering – Proof of the occurrence of spark discharge. *Scripta Materialia* [online]. 2014, **81**, 56–59. [cit. 2021-5-21]. ISSN 1359-6462. Dostupné z: doi:10.1016/j.scriptamat.2014.03.011
- [41] MUNIR, Z. A., U. ANSELMINI-TAMBURINI a M. OHYANAGI. The effect of electric field and pressure on the synthesis and consolidation of materials: A review of the spark plasma sintering method. *Journal of Materials Science* [online]. 2006, **41**(3), 763–777. ISSN 1573-4803. Dostupné z: doi:10.1007/s10853-006-6555-2
- [42] OKSIUTA, Z., P. HOSEMANN, S. C. VOGEL a N. BALUC. Microstructure examination of Fe–14Cr ODS ferritic steels produced through different processing routes. *Journal of Nuclear Materials* [online]. 2014, **451**(1), 320–327. [cit. 2021-5-21]. ISSN 0022-3115. Dostupné z: doi:10.1016/j.jnucmat.2014.04.004
- [43] ANDERSON, T. L. *Fracture mechanics: fundamentals and applications*. Fourth edition. Boca Raton: CRC Press, Taylor & Francis Group, [2017]. ISBN 9781498728133.
- [44] VLACH, Bohumil. *Základy lomové mechaniky, studijní opory*. [online]. Data aktualizována: 2001 [cit. 2021-21-05]. Dostupné z: <http://ime.fme.vutbr.cz/vyukals.html>
- [45] GRIFFITH, A. A. a John J. GILMAN. The Phenomena of Rupture and Flow in Solids. *Transactions of the ASM*. 19681200, **61**, 855–906.
- [46] MRŇA, T. *Vliv velikosti tělesa na R-křivku a na otupení čela trhliny*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2016. 60 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Luděk Stratil, PhD.
- [47] DLOUHÝ, Ivo. *Mezní stavy materiálu studijní opory*. [online]. Data aktualizována: 2001 [cit. 2021-05-21]. Dostupné z: <http://ime.fme.vutbr.cz/index.php/cs/studium/podklady-pro-vyuku-zimni-semestr>
- [48] STRATIL, L. *Určování lomově-mechanických charakteristik z podrozměrných zkušebních těles*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2014. 145 S. Vedoucí disertační práce prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.
- [49] DLOUHÝ, I. M. HOLZMANN, Z. CHLUP, V. KOZÁK: Sočasné koncepce hodnocení křehkolomových vlastností charakteristik ocelí; VII. vědecká konference "Predikce mechanických vlastností materiálů na základě strukturních charakteristik", Ski hotel v Novém Městě, 2001, s. 247-259
- [50] E1820-08 - *Standard test method for measurement of fracture toughness*. ASTM INTERNATIONAL, vol. 3.01 West Conshohocken, PA, 2008.
- [51] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu I. 2., opr. a rozš. vyd.* Brno: Akademické nakladatelství CERM, c2003. ISBN 80-7204-283-1.

- [52] WAKAI, E., S. NOGAMI, R. KASADA, et al. Small specimen test technology and methodology of IFMIF/EVEDA and the further subjects. *Journal of Nuclear Materials* [online]. 2011, **417**(1-3), 1325-1330 [cit. 2021-5-21]. ISSN 00223115. Dostupné z: doi:10.1016/j.jnucmat.2011.02.011
- [53] LUCON, E, SCIBETTA, M. Additional investigations on the applicability of miniature compact tension specimens for fracture toughness measurements in the upper shelf regime. Convention TRACTEBEL/SCK-CEN 2005 Task 1.1.4. Belgium: N. p., 2005. Web.
- [54] DZUGAN, Jan, Pavel KONOPIK a Martin RUND. Fracture Toughness Determination with the Use of Miniaturized Specimens. DARJI, Pranav H. a Veera P. DARJI, ed. *Contact and Fracture Mechanics* [online]. InTech, 2018, 2018-05-30 [cit. 2021-5-21]. ISBN 978-1-78923-158-8. Dostupné z: doi:10.5772/intechopen.73093
- [55] STRATIL, Ludek, Filip SISKÁ, Hynek HADRABA, Stanislava FINTOVA, Tomas MRNA a Ivo DLOUHY. The Effect of Specimen Size for the P91 Steel at Elevated and High Temperatures. In: *Volume 1A: Codes and Standards* [online]. American Society of Mechanical Engineers, 2017, 2017-07-16, s. - [cit. 2021-5-21]. ISBN 978-0-7918-5790-8. Dostupné z: doi:10.1115/PVP2017-65792
- [56] CHEN, Bao, Sun YONGDUO, Wu YUANJUN, Wang KAIQING, Wang LI a He GUANGWEI. Fracture properties and crack tip constraint quantification of 321/690 dissimilar metal girth welded joints by using miniature SENB specimens. *Nuclear Engineering and Technology* [online]. 2020 [cit. 2021-05-13]. ISSN 1738-5733. Dostupné z: doi:10.1016/j.net.2020.12.020
- [57] HE, G. W., C. BAO, L. X. CAI, Y. J. WU a X. H. ZHAO. Estimation of J-resistance curves of SA-508 steel from small sized specimens with the correction of crack tip constraint. *Engineering Fracture Mechanics* [online]. 2018, **200**, 125–133. ISSN 0013-7944. Dostupné z: doi:10.1016/j.engfracmech.2018.07.032
- [58] MORAVCIK, Igor, Antonin KUBICEK, Larissa MORAVCIKOVA-GOUVEA, Ondrej ADAM, Vaclav KANA, Vaclav POUCHLY, Antonin ZADERA a Ivo DLOUHY. The Origins of High-Entropy Alloy Contamination Induced by Mechanical Alloying and Sintering. *Metals* [online]. 2020, **10**(9) [cit. 2021-5-21]. ISSN 2075-4701. Dostupné z: doi:10.3390/met10091186
- [59] SUN, S. J., Y. Z. TIAN, X. H. AN, H. R. LIN, J. W. WANG a Z. F. ZHANG. Ultrahigh cryogenic strength and exceptional ductility in ultrafine-grained CoCrFeMnNi high-entropy alloy with fully recrystallized structure. *Materials Today Nano* [online]. 2018, **4**, 46–53. [cit. 2021-5-21]. ISSN 2588-8420. Dostupné z: doi:10.1016/j.mtnano.2018.12.002

- [60] SHABANI, Mitra, Joseph INDECK, Kavan HAZELI, Paul D. JABLONSKI a Garrett J. PATAKY. Effect of Strain Rate on the Tensile Behavior of CoCrFeNi and CoCrFeMnNi High-Entropy Alloys. *Journal of Materials Engineering and Performance* [online]. 2019, **28**(7), 4348–4356 [cit. 2021-5-21]. ISSN 1059-9495. Dostupné z: doi:10.1007/s11665-019-04176-y
- [61] XIAO, Lili, Ping HUANG a Fei WANG. Inverse grain-size-dependent strain rate sensitivity of face-centered cubic high-entropy alloy. *Journal of Materials Science & Technology* [online]. 2021, **86**, 251–259. [cit. 2021-5-21]. ISSN 1005-0302. Dostupné z: doi:10.1016/j.jmst.2021.01.046
- [62] HAN, Zhenhua, Weining REN, Jun YANG, Yuzhou DU, Ran WEI, Changjun ZHANG, Yuanqing CHEN a Guojun ZHANG. The deformation behavior and strain rate sensitivity of ultra-fine grained CoNiFeCrMn high-entropy alloys at temperatures ranging from 77 K to 573 K. *Journal of Alloys and Compounds* [online]. 2019, **791**, 962–970. [cit. 2021-5-21]. ISSN 0925-8388. Dostupné z: doi:10.1016/j.jallcom.2019.03.373
- [63] LI, Weidong, Peter K. LIAW a Yanfei GAO. Fracture resistance of high entropy alloys: A review. *Intermetallics* [online]. 2018, **99**, 69–83. [cit. 2021-5-21]. ISSN 0966-9795. Dostupné z: doi:10.1016/j.intermet.2018.05.013
- [64] DUBIEL, B., W. OSUCH, M. WRÓBEL, P. J. ENNIS a A. CZYRSKA-FILEMONOWICZ. Correlation of the microstructure and the tensile deformation of incology MA956. *Journal of Materials Processing Technology* [online]. 1995, **53**(1), Advanced Materials and Technologies, 121–130. [cit. 2021-5-21]. ISSN 0924-0136. Dostupné z: doi:10.1016/0924-0136(95)01968-K
- [65] SZÁRAZ, Z., P. HÄHNER, J. STRÁSKÁ a S. RIPPLINGER. Effect of phase separation on tensile and Charpy impact properties of MA956 ODS steel. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2017, **700**, 425–437. [cit. 2021-5-21]. ISSN 0921-5093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2017.06.010

SEZNAM OBRÁZKŮ

<i>Obr. 1: Deformace krystalové mřížky vlivem různé velikosti atomů [8].</i>	10
<i>Obr. 2: Srovnání konvenčních vysokoteplotních slitin a HEAs: [17].</i>	13
<i>Obr. 3: Vliv velikosti zrna a teploty na mechanické vlastnosti Cantorovy slitiny [18].</i>	14
<i>Obr. 4: Vliv % C na mechanické vlastnosti HEAs [19].</i>	14
<i>Obr. 5: Mikrostruktura Cantorovy slitiny [22].</i>	14
<i>Obr. 6: Binární diagram železa a hliníku [26].</i>	15
<i>Obr. 7: Vliv velikosti zrna na pevnost slitiny FeAlO [29].</i>	17
<i>Obr. 8: Mikrostruktura FeAlO [27].</i>	17
<i>Obr. 9: Vliv žhánání na velikost zrna [27].</i>	17
<i>Obr. 10: Mechanismy zpevnění precipitáty [31].</i>	20
<i>Obr. 11: Mechanismus mechanického legování [34].</i>	22
<i>Obr. 12: Schéma přístroje na Spark plasma sintering (SPS) [39].</i>	23
<i>Obr. 13: Model procesu Spark plasma sintering (SPS) [22].</i>	24
<i>Obr. 14: R-křivka: a) závislá na délce trhliny; b) nezávislá na délce trhliny [44].</i>	26
<i>Obr. 15: Souřadný systém před čelem trhliny [43].</i>	27
<i>Obr. 16: Oblast singularity [44].</i>	27
<i>Obr. 17: Módy zatěžování [32].</i>	27
<i>Obr. 18: Vliv tloušťky zkušebního tělesa na K_{IQ} a tvar plastické zóny [43].</i>	28
<i>Obr. 19: Čelo trhliny podle CTOD [47].</i>	29
<i>Obr. 20: Křivkový J-integrál [43].</i>	29
<i>Obr. 21: Teplotní závislost lomové houževnatosti [49].</i>	30
<i>Obr. 22: Modely záznamů testovací síly na rozevření tělesa [50].</i>	31
<i>Obr. 23: Určení poddajnosti tělesa [44].</i>	34
<i>Obr. 24: Konstrukce platné R křivky [46].</i>	34
<i>Obr. 25: Tvar a velikost miniaturních těles</i>	35
<i>Obr. A1: Řezný plán zkušebních těles</i>	38
<i>Obr. A2: Tahové křivky slitiny FeAlO</i>	41
<i>Obr. A3: Tranzitní křivka slitiny FeAlO</i>	43
<i>Obr. A4: Vzhled lomových ploch zkušebních Charpy těles</i>	43
<i>Obr. A5: Záznamy zkoušek lomové houževnatosti</i>	44

<i>Obr. A6: Vzhled lomových ploch těles (červeně vyznačeno čelo trhliny a_0).....</i>	<i>44</i>
<i>Obr. A7: Závislost K_{Jc} na teplotě.....</i>	<i>45</i>
<i>Obr. A8: Mikrostruktura slitiny FeAlO</i>	<i>46</i>
<i>Obr. A9: Vzhled lomové plochy FeAlO při 100 °C</i>	<i>47</i>
<i>Obr. A10: Vzhled lomové plochy FeAlO při 200 °C</i>	<i>47</i>
<i>Obr. A11: Vzhled lomové plochy FeAlO při 400 °C</i>	<i>48</i>
<i>Obr. A12: Detail tvárných jamek.....</i>	<i>48</i>
<i>Obr. A13: Tahové křivky slitiny CrMnFeCoNi.....</i>	<i>49</i>
<i>Obr. A14: Záznamy zkoušek lomové houževnatosti.....</i>	<i>50</i>
<i>Obr. A15: Vzhled lomových ploch těles.....</i>	<i>51</i>
<i>Obr. A16: Mikrostruktura slitiny CrMnFeCoNi.....</i>	<i>52</i>
<i>Obr. A17: Vzhled lomových ploch CrMnFeCoNi.....</i>	<i>52</i>

SEZNAM TABULEK

<i>Tab. A1: Vlastnosti vstupních prášků při výrobě Cantorovy slitiny</i>	37
<i>Tab. A2: Zatížení v průběhu cyklování těles</i>	40
<i>Tab. A3: Výsledky tahových zkoušek</i>	42
<i>Tab. A4: Výsledky zkoušky rázem v ohybu a rozměry použitých těles</i>	43
<i>Tab. A5: Základní rozměry zkušebních těles a určené hodnoty lom. houževnatosti</i>	44
<i>Tab. A6: Výsledky tahových zkoušek</i>	50
<i>Tab. A7: Základní rozměry zkušebních těles a určené hodnoty lom. houževnatosti</i>	51

SEZNAM SYMBOLŮ, VELIČIN A ZKRATEK

Značka	Název	Jednotka
a	délka trhliny	[mm]
Δa	přírůstek délky trhliny	[mm]
a_0	počáteční délka trhliny	[mm]
A_{pl}	plastická práce	[J]
b_0	velikost nedolomené části zkušebního tělesa	[mm]
B	tloušťka zkušebního tělesa	[mm]
C_1	konstanta	
C_2	konstanta	
Γ	Integrační křivka	
γ_s	práce vykonaná meziatomovými silami při vzniku nového jednotkového povrchu	[J]
γ_p	povrchová plastická energie reprezentující plastickou deformaci předcházející vzniku volného povrchu	[J]
da	elementární přírůstek trhliny	
ds	elementární úsek křivky Γ	
dU	změna potenciální energie tělesa	
$\frac{dU}{dV}$	hustota deformační energie	
δ	CTOD	[mm]
E	modul pružnosti v tahu	[MPa]

$F_{5\%}$	síla na hodnotě 5% sečně	[N]
F_Q	síla na výpočet K_Q ze záznamu síla –prodloužení	[N]
$f\left(\frac{a}{W}\right)$	bezrozměrný tvarový součinitel	
$f_{ij}(\theta)$	bezrozměrná veličina závislá na θ	
$g_{ij}(\theta)$	bezrozměrná veličina závislá na θ	
J_c	hodnota J-integrálu se štěpnou iniciací	[kJ/m ²]
J_{Ic}	platná hodnota J-integrálu	[kJ/m ²]
J_Q	předběžná hodnota lomové houževnatosti	[kJ/m ²]
J_u	hodnota J-integrálu stvárnou iniciací	[kJ/m ²]
k	konstanta	
K	faktor intenzity napětí	[MPa√m]
K_C	hodnota K_Q při nesplnění podmínky rovinné deformace	[MPa√m]
$K_{\delta C}$	Přepočtená hodnota z δ_C	[MPa√m]
K_I	faktor intenzity napětí při módu I	[MPa√m]
K_{Ic}	platná hodnota faktoru intenzity napětí	[MPa√m]
K_{JC}	přepočítaná hodnota z J_{Ic}	[MPa√m]
K_Q	předběžná hodnota faktoru intenzity napětí	[MPa√m]
KV	nárazová práce	[J]
m	konstanta popisující vzájemný vztah mezi J , δ	
η_{pl}	Součinitel hodnoty plastické práce závislý na délce trhliny	
P	síla	[N]
r	Polární souřadnice	
r_p	poloměr plastické zóny EPLM	[mm]
r_y^{RD}	poloměr plastické zóny LELM při RD	[mm]
r_y^{RN}	poloměr plastické zóny LELM při RN	[mm]
R_e	mez kluzu	[MPa]
R_m	mez pevnosti	[MPa]
$R_{p0,2}$	smluvní mez kluzu	[MPa]
σ_{xx}	napětí ve směru xx	[MPa]
σ_y	průměr napětí $R_{p0,2}$ a R_m	[MPa]
σ_{ys}	mez kluzu	[MPa]
σ_{yy}	napětí ve směru yy	[MPa]
t_{27J}	teplota při nárazové práci 27J	[°C]

$t_{50\%}$	teplota při 50% tvárného porušení	[°C]
t_B	teplota, při které se mění mechanismus lomu z tvárného na štěpný	[°C]
t_{DBL}	teplota, při níž končí interval teplot, v němž ještě nastává nestabilní lom tvárným mechanismem	[°C]
t_{DBU}	teplota, při níž nastávají nestabilní lomy po tvárném natržení	[°C]
t_{NDT}	teplota nulové houževnatosti	[°C]
τ_{xy}	smykové napětí ve směru x y	[MPa]
T_i	vektor povrchové tahové síly kolmé na křivku Γ	
θ	polární souřadnice	
μ	Poissonova konstanta	
W	šířka zkušebního tělesa	[mm]
W	celková energie systému	[J]
W_{el}	práce spojená s vytvořením nových povrchů	[J]
W_s	elastická energie akumulovaná v systému	
ASTM	Americká společnost pro testování a materiály	
BCC	Kubická prostorově centrovaná krystalická mřížka	
CT	Těleso pro excentrický tah	
CTOD	Přemístění při rozevření trhliny	
EPLM	Elasticko-plastická lomová mechanika	
FCC	Kubická plošně centrovaná krystalická mřížka	
HEA	Vysoce entropické slitiny	
HCP	Hexagonální těsně uspořádaný krystalová mřížka	
ISO	Mezinárodní instituce pro normalizaci	
LELM	Lineárně elastická lomová mechanika	
RD	Rovinná deformace	
RN	Rovinná napjatost	
SENB	Těleso s trhlinou pro tříbodový ohyb	
SEM	Rastrovací elektronový mikroskop	